



Diogo Manuel Cardoso Simão Lopes Simões

Licenciado em Ciências da Engenharia Mecânica

Projeto e Automatização de um Sistema de Pesagem Hidrostática para Determinação da Massa Volúmica de Líquidos

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientador: Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins, Professor Auxiliar, FCT-UNL

Co-orientadora: Mestre Andreia Filipa Morgado Furtado, Responsável Técnica do Laboratório de Propriedades de Líquidos, Instituto Português da Qualidade

Presidente: Doutor António Gabriel Marques Duarte dos Santos, Professor Auxiliar, FCT-UNL

Vogais: Mestre Carlos Miguel Sendas Pires, Responsável Técnico pelo Domínio do Tempo e da Frequência, Instituto Português da Qualidade

Doutora Raquel Albuquerque Soares Brás de Almeida, Professora Auxiliar, FCT-UNL

Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins, Professor Auxiliar, FCT-UNL



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro, 2019

Projeto e Automatização de um Sistema de Pesagem Hidrostática para Determinação da Massa Volúmica de Líquidos

Copyright © Diogo Manuel Cardoso Simão Lopes Simões, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

A realização da presente dissertação e de todo o trabalho que lhe foi inerente apenas foi possível graças às pessoas que fizeram parte desta importante etapa de conclusão de estudos, quer a nível profissional quer a pessoal.

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer à minha orientadora Andreia Furtado pela sua enorme disponibilidade e compreensão ao longo de todas as peripécias que fizeram parte deste percurso. Todo o seu apoio e conhecimento foram peças fundamentais para o sucesso do trabalho realizado. Queria também agradecer, com especial atenção, ao Senhor Luís Ribeiro pelos seus inúmeros conselhos e partilha de conhecimento na área da programação, eletrónica e até mesmo nas tecnologias industriais. A sua preciosa ajuda contribuiu não só para a conclusão desta dissertação, mas também fomentou os meus conhecimentos e despertou interesse nestas áreas. Um obrigado ao Jorge Pereira por toda a sua amabilidade e por me ter acompanhado em todos os momentos no decorrer do meu estágio. Agradeço ao Instituto Português da Qualidade por me ter proporcionado esta oportunidade única, por toda a confiança depositada no meu trabalho e pelo financiamento disponibilizado ao projeto, com especial atenção ao Doutor João Alves e Sousa e à Doutora Isabel Godinho.

Em segundo lugar, não poderia deixar de agradecer ao meu orientador, Professor Doutor Rui Martins, por todo o apoio prestado ou qualquer esclarecimento necessário. As soluções que me presenteou para os desafios propostos revelaram-se eficazes e contribuíram para o sucesso do trabalho.

Agradeço ainda à Sociedade Metalúrgica A. J. Maltez por se ter disponibilizado no fabrico de todos os componentes projetados, em particular ao Senhor Rui Maltez que coordenou toda a produção e garantiu a qualidade das peças.

Agradeço a todos os meus amigos e colegas que me acompanharam neste percurso pelos momentos bem passados, tornando tudo mais fácil.

Um especial agradecimento à Cátia, a minha namorada, por todo o carinho, apoio incondicional, incentivo e compreensão ao longo desta jornada.

E, por fim, um obrigado sem igual aos meus pais por todo o apoio e auxílio que me prestaram ao longo desta etapa, sem nunca duvidarem das minhas capacidades nem me deixarem desistir, mesmo nos momentos de maior aflição.

Resumo

O método da pesagem hidrostática utiliza um sistema que possibilita a determinação da massa volúmica de sólidos e de líquidos com base no Princípio de Arquimedes, estando os líquidos em foco na presente dissertação.

Devido à existência de aspetos a melhorar no sistema de pesagem hidrostática do Laboratório de Propriedades de Líquidos do Instituto Português da Qualidade, foi proposto por esta entidade a realização de uma Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, em parceria com o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, consistindo num estágio curricular, no sentido de otimizar este sistema.

A realização de ensaios hidrostáticos envolve a colocação manual de massas padrão de substituição no prato da balança do sistema, introduzindo assim perturbações no ar do ambiente de pesagem que conduzem a uma maior incerteza nas medições. Para colmatar este fenómeno e acelerar a realização de ensaios, foi projetado e implementado um mecanismo que permite a colocação e recolha das massas padrão de forma automatizada na balança.

A formação de menisco consiste numa outra fonte significativa de incerteza devido à sua fraca reprodutibilidade. De forma a anular o seu efeito, projetou-se um mecanismo automatizado formado por um vaso comunicante.

Por último, foi ainda projetado um suporte para o padrão de massa volúmica do sistema, de dimensões semelhantes àquele previamente em uso.

Os componentes projetados foram testados e validados através da realização de ensaios com o sistema pré e pós-otimizado, utilizando água ultrapura produzida no laboratório, comparando os resultados obtidos entre estas duas fases. Além disso, foram ainda realizados ensaios com o sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado a dois líquidos no âmbito do projeto de investigação conjunta 17RPT02 rhoLiq.

Palavras-chave: otimização; sistema de pesagem hidrostática; massa volúmica de líquidos; projeto de mecanismos automatizados; incertezas de medição; calibração.

Abstract

The hydrostatic weighing method consists of a state-of-the-art apparatus which allows density measurements of solids and liquids based on the Archimedes' Principle. The present thesis focuses on the measurement of the density of liquids.

Due to the existence of aspects that are still to be improved on the hydrostatic weighing apparatus of the Laboratory of Fluid Properties of the Portuguese Institute for Quality, it was proposed by this entity a Mechanical Engineering master's thesis, carried out in partnership with the Mechanical and Industrial Engineering Department of Faculty of Sciences and Technology of the New University of Lisbon, consisting in a curricular internship, to optimize this apparatus.

The carrying out of hydrostatic tests implies the manual placing of standard substitution weights on the balance's pan of the apparatus, introducing oscillations in the air within the weighing environment thus resulting in a greater uncertainty in measurements. In order to overcome this phenomenon, a new mechanism was designed and implemented, allowing the automatic placing and picking of the standard weights in the balance.

The formation of meniscus also consists in a significant source of uncertainty due to its poor reproducibility. In order to eliminate its effect, an automated mechanism composed of a communicating vessel was designed.

Lastly, a holder for the density standard of the apparatus was designed, with dimensions similar to the one previously used.

The designed components were tested and validated through the execution of tests with the apparatus pre and post-optimized using ultrapure water produced in the laboratory, followed by a comparison of the results obtained in these two stages. Besides, tests with the pre-optimized hydrostatic weighing apparatus were done with two liquids under the 17RPT02 rhoLiq joint research project.

Keywords: optimization; hydrostatic weighing apparatus; density of liquids; design of automated mechanisms; uncertainty in measurements; calibration.

Conteúdo

LISTA DE FIGURAS.....	XIII
LISTA DE TABELAS.....	XXII
SIGLAS, ACRÓNIMOS E ABREVIATURAS.....	XXV
SIMBOLOGIA.....	XXVII
1. OBJETIVOS, MOTIVAÇÃO E ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO	1
2. INTRODUÇÃO.....	3
2.1. ENQUADRAMENTO.....	3
2.2. ESTRUTURA DA QUALIDADE EM PORTUGAL	3
2.2.1. <i>Sistema Português da Qualidade.....</i>	<i>3</i>
2.2.2. <i>Instituto Português da Qualidade.....</i>	<i>4</i>
2.2.3. <i>Subsistemas do Sistema Português da Qualidade.....</i>	<i>4</i>
2.3. MASSA VOLÚMICA	5
2.4. CALIBRAÇÕES	6
2.5. SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES	6
3. ENQUADRAMENTO TEÓRICO.....	9
3.1. PRINCÍPIO DE ARQUIMEDES.....	9
3.2. MASSA VOLÚMICA DO AR	12
3.3. DESCRIÇÃO DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.....	16
3.3.1. <i>Balança.....</i>	<i>16</i>
3.3.2. <i>Suspensão.....</i>	<i>17</i>
3.3.3. <i>Reservatório do Líquido de Teste.....</i>	<i>18</i>
3.3.4. <i>Sólido Padrão de Massa Volúmica.....</i>	<i>20</i>
3.3.5. <i>Medição da Temperatura do Líquido de Teste.....</i>	<i>24</i>

3.3.6.	<i>Termorregulação do Líquido de Teste</i>	25
3.3.7.	<i>Dispositivos de Manipulação</i>	26
3.3.8.	<i>Medição das Condições Ambientais</i>	27
3.4.	MÉTODOS DE PESAGEM DE UM SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA	29
3.5.	CONDIÇÕES DE REFERÊNCIA	31
3.6.	FORMAÇÃO DE MENISCO.....	31
3.7.	ERROS DE MEDIÇÃO.....	33
3.8.	INCERTEZAS DE MEDIÇÃO.....	34
3.8.1.	<i>Introdução</i>	34
3.8.2.	<i>Fundamentos Matemáticos</i>	37
3.8.2.1.	Avaliação de Incertezas-padrão do Tipo A	38
3.8.2.2.	Avaliação de Incertezas-padrão do Tipo B.....	40
3.8.2.3.	Incerteza-Padrão Combinada	44
3.8.2.4.	Incerteza de Medição Expandida	46
3.8.3.	<i>Diagramas de Ishikawa</i>	49
3.9.	PROCEDIMENTO DA PESAGEM HIDROSTÁTICA	53
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	56
4.1.	OTIMIZAÇÃO DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.....	56
4.1.1.	<i>Mecanismo Automatizado de Movimentação das Massas Padrão</i>	56
4.1.1.1.	Suporte para as Massas Padrão de Substituição	60
4.1.1.2.	Garfo de Movimentação das Massas Padrão de Substituição.....	64
4.1.1.3.	Mesa Linear Elétrica	69
4.1.1.4.	Barras de Fixação da Mesa Linear Elétrica	71
4.1.1.5.	Chapa de Furos Roscados para Fixação à Estrutura de Apoio da Balança	77
4.1.2.	<i>Mecanismo Automatizado para Correção do Menisco</i>	78
4.1.2.1.	Suporte do Balão	79
4.1.3.	<i>Suporte da Esfera de Silício com Argola Incorporada</i>	83
4.1.4.	<i>Ligações Soldadas</i>	84
4.1.5.	<i>Conceção de Protótipos</i>	85
4.1.6.	<i>Montagem do Equipamento</i>	85
4.1.7.	<i>Controlo e Programação em LabVIEW® das Mesas Lineares Elétricas</i>	89
4.1.7.1.	Princípios de Funcionamento.....	89
4.1.7.2.	Programa de Controlo Manual das Mesas Lineares Elétricas	90
4.1.7.3.	Programa de Controlo da Mesa Linear do Mecanismo Automatizado de Movimentação das Massas Padrão.....	92
4.1.7.4.	Programa de Controlo da Mesa Linear do Mecanismo Automatizado para Correção do Efeito de Menisco	95
4.2.	FOLHAS DE CÁLCULO	96
4.3.	CARATERIZAÇÃO DOS LÍQUIDOS EM ESTUDO	97
4.4.	REALIZAÇÃO DE ENSAIOS.....	98
4.4.1.	<i>Limpeza dos Componentes</i>	98
4.4.2.	<i>Pesagem Hidrostática</i>	99

4.4.3.	<i>Densimetria de Tubo Vibrante</i>	<i>101</i>
5.	ANÁLISE E DISCUSSÃO DE RESULTADOS	103
5.1.	RESULTADOS.....	104
5.1.1.	<i>Determinação da Massa Volúmica da Água Deuterada (1,5 % Vol.)...</i>	<i>104</i>
5.1.2.	<i>Determinação da Massa Volúmica do n-Dodecano</i>	<i>106</i>
5.1.3.	<i>Determinação da Massa Volúmica da Água Ultrapura (Tipo I).....</i>	<i>109</i>
5.2.	DISCUSSÃO DE RESULTADOS.....	111
5.2.1.	<i>Água Deuterada (1,5 % Volume) e n-Dodecano.....</i>	<i>111</i>
5.2.2.	<i>Água Ultrapura (Tipo I)</i>	<i>114</i>
6.	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	118
6.1.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	118
6.2.	NA PERSPETIVA DE TRABALHOS FUTUROS.....	119
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	121
	ANEXOS.....	124

Lista de Figuras

FIGURA 2.1: LOGOTIPO DO SI APÓS A SUA REVISÃO NO 26º ENCONTRO DA CGPM.....	7
FIGURA 3.1: VALOR DE MASSA REGISTADO PELA BALANÇA DE UM CORPO NO VÁCUO COMPARADO COM O VALOR DE MASSA DESTA TOTALMENTE IMERSO EM ÁGUA (MASSA APARENTE).....	9
FIGURA 3.2: DIAGRAMA DE CORPO LIVRE DA ESFERA DE SILÍCIO QUANDO IMERSA NUM LÍQUIDO.	10
FIGURA 3.3: ESQUEMATIZAÇÃO DOS COMPONENTES PRINCIPAIS QUE CONSTITUEM UM SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.....	16
FIGURA 3.4: BALANÇA METTLER TOLEDO AT400 CONSTITUINTE DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.....	17
FIGURA 3.5: SUPORTE DA ESFERA EM AÇO INOXIDÁVEL LIGADO AO FIO DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 302 UTILIZADOS NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.	18
FIGURA 3.6: RESERVATÓRIO DE 1L DE CAPACIDADE (À ESQUERDA) E O SEU RESPECTIVO O- RING DE VEDAÇÃO (À DIREITA) DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.....	19
FIGURA 3.7: MONTAGEM DO RESERVATÓRIO ATRAVÉS DE UMA JUNTA DE PTFE E DE UMA FLANGE DE AÇO INOXIDÁVEL. TUBO DE VIDRO QUE PERMITE O CONTROLO DA COLUNA DE LÍQUIDO.	20
FIGURA 3.8: ESFERA DE SILÍCIO UTILIZADA COMO SÓLIDO PADRÃO DE MASSA VOLUMICA NO LPL.....	21

FIGURA 3.9: ALTURA DE COLUNA DE LÍQUIDO DE TESTE ACIMA DO CENTRO DE MASSA DA ESFERA DE SILÍCIO.....	22
FIGURA 3.10: DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE ANTON PAAR DMA 5000 DO LPL.....	23
FIGURA 3.11: CÂMARA BASLER ACE ACA2040-35GC COM LENTES EDMUND OPTICS PARA CAPTURA DE IMAGEM DISPONÍVEL NO LPL.....	23
FIGURA 3.12: TERMÓMETRO ANTON PAAR MKT50 (À ESQUERDA) E RESPETIVAS RESISTÊNCIAS DE PLATINA DE 100 Ω PARA MEDIÇÃO DA TEMPERATURA DO LÍQUIDO DE TESTE NO LPL (À DIREITA).....	25
FIGURA 3.13: BANHO TERMORREGULADO TAMSON TV7000LT DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.....	26
FIGURA 3.14: MECANISMO DE MANIPULAÇÃO DO SÓLIDO PADRÃO DE MASSA VOLÚMICA DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.	27
FIGURA 3.15: SENSOR DE PRESSÃO, TEMPERATURA E HUMIDADE RELATIVA VAISALA PTU300 EM USO NO LPL.....	27
FIGURA 3.16: ESQUEMATIZAÇÃO DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA EXISTENTE NO PTB E SEMELHANTE AO DO LPL DO IPQ.	28
FIGURA 3.17: SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA ATUALMENTE EM USO NO LPL.....	28
FIGURA 3.18: PROGRAMA EM LINGUAGEM LABVIEW® EM USO NO LPL PARA A AUTOMATIZAÇÃO DO PROCEDIMENTO DO MÉTODO DA PESAGEM HIDROSTÁTICA.	30
FIGURA 3.19: A - MENISCO CÔNCAVO; B - MENISCO CONVEXO.	32
FIGURA 3.20: FORMAÇÃO DE MENISCO AQUANDO PENETRAÇÃO DO FIO DA SUSPENSÃO NO LÍQUIDO DE TESTE. À ESQUERDA, UM MENISCO DE MASSA CONSIDERÁVEL E À DIREITA, UM MENISCO DE BAIXAS PROPORÇÕES.	33
FIGURA 3.21: CONTRASTE ENTRE “ERRO” E “INCERTEZA” DE MEDIÇÃO.	36
FIGURA 3.22: FUNÇÃO DE DENSIDADE DE PROBABILIDADE DA DISTRIBUIÇÃO NORMAL.	41
FIGURA 3.23: FUNÇÃO DE DENSIDADE DE PROBABILIDADE DA DISTRIBUIÇÃO RETANGULAR.	42
FIGURA 3.24: FUNÇÃO DE DENSIDADE DE PROBABILIDADE DA DISTRIBUIÇÃO TRIANGULAR.	43
FIGURA 3.25: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS À MASSA VOLÚMICA DO LÍQUIDO DE TESTE NAS CONDIÇÕES DE ENSAIO.	50
FIGURA 3.26: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS À MASSA VOLÚMICA DO AR NO AMBIENTE DE PESAGEM.	50

FIGURA 3.27: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS À MASSA VOLÚMICA DO LÍQUIDO DE TESTE NAS CONDIÇÕES DE REFERÊNCIA.....	51
FIGURA 3.28: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS AOS INSTRUMENTOS RESPONSÁVEIS PELA MEDIÇÃO DA TEMPERATURA AMBIENTE, TEMPERATURA DO LÍQUIDO DE TESTE, PRESSÃO ATMOSFÉRICA, HUMIDADE RELATIVA E MASSA VOLÚMICA DE LÍQUIDOS.	51
FIGURA 3.29: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS À BALANÇA NA PESAGEM DA SUSPENSÃO + ESFERA DE SILÍCIO.	52
FIGURA 3.30: DIAGRAMA DE ISHIKAWA QUE PERMITE IDENTIFICAR AS COMPONENTES DE INCERTEZA ASSOCIADAS À BALANÇA NA PESAGEM DA SUSPENSÃO + MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO.	52
FIGURA 3.31: FLUXOGRAMA DE RESUMO DO PROCEDIMENTO DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL.....	54
FIGURA 4.1: MODELAÇÃO EM SOLIDWORKS® DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO COM A RESPECTIVA IDENTIFICAÇÃO DE COMPONENTES.	57
FIGURA 4.2: DISTÂNCIA MÍNIMA ENTRE O CENTRO DO FURO DA PEDRA DE GRANITO DE APOIO À BALANÇA E O CENTRO DO TUBO DE VIDRO.	58
FIGURA 4.3: DISTÂNCIA MÍNIMA HORIZONTAL (DZ) ENTRE O CENTRO DA FACE SUPERIOR DO TUBO DE VIDRO E A FACE ANTERIOR DA ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA E DISTÂNCIA MÍNIMA VERTICAL (DY) ENTRE O CENTRO DA FACE SUPERIOR DO TUBO DE VIDRO E A FACE INFERIOR DA ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA.....	58
FIGURA 4.4: MODELAÇÃO EM SOLIDWORKS® DA BASE DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO COM A RESPECTIVA GEOMETRIA LEGENDADA.	61
FIGURA 4.5: MODELO CAD LEGENDADO DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO (À ESQUERDA) E PEÇA OBTIDA APÓS FABRICO (À DIREITA).....	61
FIGURA 4.6: MODELAÇÃO EM SOLIDWORKS® DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO INSERIDO NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.....	62
FIGURA 4.7: DEFINIÇÃO DA MALHA DE ELEMENTOS FINITOS E CONDIÇÕES DE FRONTEIRA PARA A ANÁLISE ESTATICA AO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO RECORRENDO À FERRAMENTA SOLIDWORKS® SIMULATION. A VERDE – ELEMENTOS COM	

DESLOCAMENTO NULO; A ROXO – ELEMENTOS CARREGADOS; A VERMELHO – VETOR ACELERAÇÃO GRAVÍTICA.....	63
FIGURA 4.8: ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES (À ESQUERDA) E DE DEFORMAÇÕES (À DIREITA) NO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO (O SÓLIDO DEFORMADO NÃO SE ENCONTRA À ESCALA REAL).	64
FIGURA 4.9: MODELOS CAD DA VISTA ISOMÉTRICA DO BRAÇO DO GARFO (À ESQUERDA) E DA VISTA EM PORMENOR DA SUA EXTREMIDADE (À DIREITA), AMBOS DEVIDAMENTE LEGENDADOS.	65
FIGURA 4.10: FOLGAS NA DIREÇÃO HORIZONTAL (A VERMELHO) E NA DIREÇÃO VERTICAL (A VERDE) QUE PERMITEM O CORRETO FUNCIONAMENTO DO MECANISMO.....	65
FIGURA 4.11: GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO MODELADO EM SOLIDWORKS® COM OS RESPECTIVOS ELEMENTOS LEGENDADOS (À ESQUERDA) E PEÇA FINAL APÓS FABRICO (À DIREITA).	66
FIGURA 4.12: MODELO CAD DO GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO INSERIDO NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.	67
FIGURA 4.13: CONFIGURAÇÃO PARA A ANÁLISE ESTATICA DO GARFO RECORRENDO À FERRAMENTA SOLIDWORKS® SIMULATION. A VERDE – ELEMENTOS COM DESLOCAMENTO NULO; A ROXO – ELEMENTOS CARREGADOS; A VERMELHO – VETOR ACELERAÇÃO GRAVÍTICA.....	67
FIGURA 4.14: ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES (À ESQUERDA) E DEFORMAÇÕES (À DIREITA) NO GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO (O SÓLIDO DEFORMADO NÃO SE ENCONTRA À ESCALA REAL).	68
FIGURA 4.15: FORÇAS E MOMENTOS DE REAÇÃO NO APOIO DO GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO.	68
FIGURA 4.16: À ESQUERDA – MODELO CAD DA MESA LINEAR ELÉTRICA ACIONADA POR FUSO DA IGUS, TAMANHO 0630 (CORTESIA DA IGUS); À DIREITA – MODELO REAL DA MESA LINEAR ELÉTRICA.....	70
FIGURA 4.17: MODELO CAD DA MESA LINEAR ELÉTRICA DA IGUS INTRODUZIDA NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL. A CHAPA DE FIXAÇÃO DO GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO NÃO SE ENCONTRA DEVIDAMENTE ALINHADA COM A CARRUAGEM DA MESA LINEAR.	70
FIGURA 4.18: À ESQUERDA – PLACA DE CONTROLO PARA MOTORES DE PASSO TB6600; AO CENTRO – PLACA ARDUINO UNO R3; À DIREITA – FONTE DE ALIMENTAÇÃO DE 24V DC.	71

FIGURA 4.19: POSIÇÃO DA EXTREMIDADE SUPERIOR DA MESA LINEAR ELÉTRICA EM RELAÇÃO À SUPERFÍCIE DE APOIO DA BALANÇA.....	72
FIGURA 4.20: BARRA DE FIXAÇÃO SUPERIOR DA MESA LINEAR ELÉTRICA COM IDENTIFICAÇÃO DOS SEUS RESPECTIVOS ELEMENTOS.....	72
FIGURA 4.21: ESPAÇAMENTO ENTRE OS PILARES DA ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA. .	73
FIGURA 4.22: DISTÂNCIA NORMAL ENTRE A FACE DA EXTREMIDADE INFERIOR DA MESA LINEAR QUE SE ENCONTRA EM CONTACTO COM A BARRA DE FIXAÇÃO E A FACE ANTERIOR DOS PILARES DA ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA.	73
FIGURA 4.23: BARRA DE FIXAÇÃO INFERIOR DA MESA LINEAR ELÉTRICA COM A LEGENDA DA RESPECTIVA GEOMETRIA.	74
FIGURA 4.24: BARRAS DE FIXAÇÃO DA MESA LINEAR ELÉTRICA APÓS FABRICO. À ESQUERDA – BARRA DE FIXAÇÃO SUPERIOR; À DIREITA – BARRA DE FIXAÇÃO INFERIOR.	74
FIGURA 4.25: MODELO CAD DAS BARRAS DE FIXAÇÃO DA MESA LINEAR ELÉTRICA INTRODUZIDAS NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.	75
FIGURA 4.26: DEFINIÇÃO DAS CONDIÇÕES DE FRONTEIRA NO CONJUNTO COM OS SEUS COMPONENTES DEVIDAMENTE IDENTIFICADOS. A VERDE – ELEMENTOS COM DESLOCAMENTO NULO; A ROXO – ELEMENTOS CARREGADOS; A VERMELHO – VETOR ACELERAÇÃO GRAVÍTICA.	76
FIGURA 4.27: ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES (À ESQUERDA) E DE DEFORMAÇÕES (À DIREITA) NO CONJUNTO DO MECANISMO CONSTITUÍDO PELO GARFO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO, PELA MESA LINEAR ELÉTRICA, PELAS BARRAS DE FIXAÇÃO E PELAS CHAPAS DE FUROS ROSCADOS. O CONJUNTO DEFORMADO NÃO SE ENCONTRA À ESCALA REAL.	76
FIGURA 4.28: MODELO CAD DA CHAPA DE FUROS ROSCADOS DEVIDAMENTE LEGENDADO (À ESQUERDA) E RESPECTIVA PEÇA FINAL (À DIREITA).....	77
FIGURA 4.29: MODELO CAD DAS CHAPAS DE FUROS ROSCADOS PARA FIXAÇÃO À ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA INTRODUZIDAS NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA OTIMIZADO.	77
FIGURA 4.30: MONTAGEM EM SOLIDWORKS® DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA APÓS IMPLEMENTAÇÃO DO MECANISMO AUTOMATIZADO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO. ESTÁ INCLUÍDO O CONJUNTO DE DISCOS QUE RESULTA NA MAIOR ALTURA DE EMPILHAMENTO.	78
FIGURA 4.31: BALÃO USADO NO MECANISMO PARA A CORREÇÃO DO MENISCO.	79

FIGURA 4.32: MODELO CAD DO SUPORTE DO BALÃO COM OS RESPETIVOS ELEMENTOS DEVIDAMENTE IDENTIFICADOS (À ESQUERDA) E PEÇA FABRICADA (À DIREITA).....	80
FIGURA 4.33: MODELO CAD DO SUPORTE DO BALÃO INTRODUZIDO NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA EM CONJUNTO COM A GARRA E A MESA LINEAR ELÉTRICA QUE A MOVIMENTA.	81
FIGURA 4.34: DEFINIÇÃO DA MALHA DE ELEMENTOS FINITOS E CONDIÇÕES DE FRONTEIRA PARA A ANÁLISE ESTATICA AO SUPORTE DO BALÃO + GARRA DE FIXAÇÃO. A VERDE – ELEMENTOS COM DESLOCAMENTO NULO; A ROXO – ELEMENTOS CARREGADOS; A VERMELHO – VETOR ACELERAÇÃO GRAVÍTICA.	81
FIGURA 4.35: ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES (À ESQUERDA) E DE DEFORMAÇÕES (À DIREITA) NO SUPORTE E RESPECTIVA GARRA DE FIXAÇÃO DO BALÃO. A DEFORMADA DO CONJUNTO NÃO SE ENCONTRA À ESCALA REAL.	82
FIGURA 4.36: FORÇAS E MOMENTOS DE REAÇÃO NO APOIO DO SUPORTE DO BALÃO.	83
FIGURA 4.37: MODELO CAD DO SUPORTE DA ESFERA DE SILÍCIO COM ARGOLA INCORPORADA (À ESQUERDA) E RESPECTIVO PRODUTO FINAL APÓS FABRICO (À DIREITA).	84
FIGURA 4.38: À ESQUERDA – PROTÓTIPO DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO; AO CENTRO – PROTÓTIPO DA EXTREMIDADE DO BRAÇO DO GARFO; À DIREITA – PROTÓTIPO DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO LIGADO À BALANÇA DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA.	85
FIGURA 4.39: DUAS DAS QUATRO CHAPAS DE FUROS ROSCADOS SOLDADAS À ESTRUTURA DE APOIO DA BALANÇA (À ESQUERDA) E QUATRO FUROS PASSANTES ABERTOS NUM DOS PILARES DESTA (À DIREITA).....	86
FIGURA 4.40: SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA OTIMIZADO DO LPL COM A IMPLEMENTAÇÃO DO MECANISMO AUTOMATIZADO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO. À ESQUERDA – MESA LINEAR APARAFUSADA À ESTRUTURA ATRAVÉS DAS SUAS BARRAS DE FIXAÇÃO; À DIREITA – GARFO CARREGADO COM UM CONJUNTO DE MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO E O RESPECTIVO SUPORTE.	87
FIGURA 4.41: SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA OTIMIZADO DO LPL OTIMIZADO COM A IMPLEMENTAÇÃO DO MECANISMO AUTOMATIZADO PARA A CORREÇÃO DO EFEITO DE MENISCO. À ESQUERDA – MESA LINEAR, SUPORTE DO BALÃO E RESPECTIVA GARRA DE FIXAÇÃO; À DIREITA – MECANISMO COMPLETO COM O BALÃO E VASO COMUNICANTE.	87

FIGURA 4.42: SISTEMA COMPLETO DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL APÓS A IMPLEMENTAÇÃO DOS MECANISMOS PROJETADOS.....	88
FIGURA 4.43: INTERRUPTOR NTE DE FIM DE CURSO INSTALADO NO CORPO DA MESA LINEAR DO MECANISMO AUTOMATIZADO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO.	89
FIGURA 4.44: À ESQUERDA – CIRCUITO ELÉTRICO DE CONTROLO DOS MOTORES DE PASSO MONTADO NO INTERIOR DA CAIXA; AO CENTRO – LIGAÇÕES EXISTENTES NA PARTE TRASEIRA DA CAIXA; À DIREITA – FUROS DE VENTILAÇÃO ABERTOS NO TOPO DA CAIXA.	89
FIGURA 4.45: PAINEL FRONTAL DO PROGRAMA EM LABVIEW® PARA O CONTROLO MANUAL DOS MOTORES DE PASSO DAS MESAS LINEARES DOS MECANISMOS PROJETADOS.....	91
FIGURA 4.46: PAINEL FRONTAL DO PROGRAMA EM LABVIEW® DE CONTROLO DA MESA LINEAR DO MECANISMO AUTOMATIZADO DE MOVIMENTAÇÃO DAS MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO.	93
FIGURA 4.47: DISTÂNCIA VERTICAL (dY) ENTRE A FACE INFERIOR DO BRAÇO DO GARFO E A FACE SUPERIOR DA BASE DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO QUANDO O GARFO SE ENCONTRA NA SUA POSIÇÃO SUPERIOR, DELIMITADA PELO INTERRUPTOR DE FIM DE CURSO. O CONJUNTO DE MASSAS PADRÃO ENCONTRA-SE APOIADO NA EXTREMIDADE DO GARFO.	93
FIGURA 4.48: DISTÂNCIA VERTICAL (dY) ENTRE A FACE SUPERIOR DO BRAÇO DO GARFO E A FACE INFERIOR DA BASE DO SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO QUANDO O GARFO SE ENCONTRA NA SUA POSIÇÃO DE LIMITE INFERIOR. O CONJUNTO DE MASSAS PADRÃO ENCONTRA-SE APOIADO NA BASE DO SEU RESPECTIVO SUPORTE.....	94
FIGURA 4.49: PAINEL FRONTAL DO PROGRAMA EM LABVIEW® DE CONTROLO DA MESA LINEAR DO MECANISMO AUTOMATIZADO PARA CORREÇÃO DO MENISCO.	95
FIGURA 4.50: À ESQUERDA – DISPENSADOR MILLIPORE® DE ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I); AO CENTRO – ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME); À DIREITA – N-DODECANO.	98
FIGURA 4.51: PROGRAMA EM LABVIEW® DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL EXECUTADO NO MÉTODO DE PESAGEM DIRETA. DESTACA-SE A VERMELHO A LUZ DE INDICAÇÃO DO MÉTODO DE PESAGEM DIRETA (A), BEM COMO AS MATRIZES QUE CONTEMPLAM OS DADOS DE PESAGENS (B) E OS DADOS DAS CONDIÇÕES ATMOSFÉRICAS, DA TEMPERATURA DO LÍQUIDO E DO BANHO (C).	99
FIGURA 4.52: PROGRAMA EM LABVIEW® DO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL EXECUTADO NO MÉTODO DE PESAGEM POR SUBSTITUIÇÃO. ENCONTRA-SE DESTACADO	

A VERMELHO A LUZ DE INDICAÇÃO DO MÉTODO DE PESAGEM DIRETA, ESTANDO ESTA APAGADA.	100
FIGURA 4.53: BOMBA PERISTÁLTICA LONGERPUMP BT600-2J USADA NO BOMBEAMENTO DO LÍQUIDO DE TESTE PARA O EXTERIOR DO RESERVATÓRIO.	101
FIGURA 4.54: REALIZAÇÃO DE ENSAIOS À ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I), ATRAVÉS DO DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE ANTON PAAR DMA 5000, COMO PROCEDIMENTO DE AJUSTE DO EQUIPAMENTO.....	102
FIGURA 5.1: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME), A 15 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	105
FIGURA 5.2: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME), A 20 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	105
FIGURA 5.3: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME), A 25 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	106
FIGURA 5.4: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DO N-DODECANO, A 15 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	107
FIGURA 5.5: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DO N-DODECANO, A 20 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	108

FIGURA 5.6: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DO N-DODECANO, A 25 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) NA FASE DE PRÉ-OTIMIZAÇÃO E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV). AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	108
FIGURA 5.7: GRÁFICO DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I), A 20 °C , DETERMINADA EXPERIMENTALMENTE PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA (PH) PRÉ E PÓS-OTIMIZADO, POR DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE (DTV) E O RESPECTIVO VALOR OBSERVADO POR M. TANAKA. AS BARRAS VERTICAIS REPRESENTAM OS VALORES DA INCERTEZA EXPANDIDA ASSOCIADA A CADA VALOR DE MASSA VOLÚMICA DETERMINADA.	110
FIGURA 5.8: À ESQUERDA – SUPORTE DAS MASSAS PADRÃO EQUIPADO COM DUAS MASSAS EM CADA LADO; À DIREITA – SUPORTE MODIFICADO INSTALADO NA SUA POSIÇÃO DE FUNCIONAMENTO. É POSSÍVEL OBSERVAR NA IMAGEM DA DIREITA O PARALELISMO ENTRE O SUPORTE E O GARFO.	117

Lista de Tabelas

TABELA 2.1: UNIDADES BASE DO SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES (SI).	8
TABELA 3.1: COMPOSIÇÃO DO AR SECO TOMADA COMO REFERÊNCIA PARA O CÁLCULO DA MASSA VOLÚMICA DO AR.	13
TABELA 3.2: MASSA REAL E VOLUME DA ESFERA DE SILÍCIO, ÀS CONDIÇÕES DE REFERÊNCIA, USADA COMO SÓLIDO PADRÃO DE MASSA VOLÚMICA NO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA DO LPL. A INCERTEZA EXPANDIDA DE MEDIÇÃO U DAS RESPECTIVAS GRANDEZAS É TAMBÉM APRESENTADA.	21
TABELA 3.3: VALORES DO FATOR DE EXPANSÃO k QUE PRODUZEM UM INTERVALO COM UM DETERMINADO NÍVEL DE CONFIANÇA p ASSUMINDO UMA DISTRIBUIÇÃO NORMAL.	47
TABELA 3.4: FATORES DE EXPANSÃO k PARA DIFERENTES NÚMEROS DE GRAUS DE LIBERDADE EFETIVOS ν_{eff} , CONSIDERANDO UM NÍVEL DE CONFIANÇA DE 95,45 %.	48
TABELA 4.1: VALORES DE DIÂMETRO ϕ E ALTURA h EM FUNÇÃO DA MASSA NOMINAL DE CADA DISCO PRESENTE NO CONJUNTO DE MASSAS PADRÃO DE MARCA HÄFNER DE CLASSE OIML E2.	59
TABELA 4.2: PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DA LIGA DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316, DE ACORDO COM A BASE DE DADOS <i>ONLINE</i> MATWEB.	60

TABELA 4.3: DIÂMETRO DOS FUROS DE PASSAGEM DE PARAFUSOS EM FUNÇÃO DO DIÂMETRO NOMINAL, COM DESTAQUE A VERMELHO DO DIÂMETRO NOMINAL Ø4 MM.	66
TABELA 4.4: CARACTERÍSTICAS GERAIS DA MESA LINEAR ELÉTRICA DA IGUS ACIONADA POR FUSO (TAMANHO 0630).	69
TABELA 4.5: ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA PLACA DE CONTROLO PARA MOTORES DE PASSO TB6600.	71
TABELA 4.6: ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA PLACA ARDUINO UNO R3.	71
TABELA 4.7: ESPESSURA DOS CORDÕES DE SOLDADURA DE ÂNGULO EM FUNÇÃO DA ESPESSURA DA CHAPA.	84
TABELA 4.8: LIGAÇÕES ENTRE AS PORTAS DAS PLACAS TB6600 QUE CONTROLAM OS MOTORES DE PASSO DAS MESAS LINEARES DE CADA MECANISMO E AS PORTAS DIGITAIS DA PLACA ARDUINO UNO R3.	90
TABELA 4.9: PROPRIEDADES FÍSICAS DOS LÍQUIDOS EM ESTUDO.	98
TABELA 4.10: DETERMINAÇÃO DO CONJUNTO DE MASSAS PADRÃO DE SUBSTITUIÇÃO A USAR NO ENSAIO (PROVENIENTE DAS FOLHAS DE CÁLCULO ELABORADAS). OS VALORES APRESENTADOS NA TABELA PROVÊM DOS ENSAIOS REALIZADOS À ÁGUA ULTRAPURA, SENDO MERAMENTE ILUSTRATIVOS.	100
 TABELA 5.1: RESULTADOS DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME), MEDIDA PELO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA PRÉ-OTIMIZADO E PELO DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE, ÀS TEMPERATURAS DE REFERÊNCIA t0 DE 15 °C , 20 °C E 25 °C	104
TABELA 5.2: RESULTADOS DA MASSA VOLÚMICA DO N-DODECANO, MEDIDA PELO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA PRÉ-OTIMIZADO E PELO DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE, ÀS TEMPERATURAS DE REFERÊNCIA t0 DE 15 °C , 20 °C E 25 °C	107
TABELA 5.3: TABELA RECOMENDADA DE MASSA VOLÚMICA PARA A ÁGUA OCEÂNICA PADRÃO DESGASEIFICADA A 101325 PA. A RESPECTIVA INCERTEZA EXPANDIDA (k = 2) ESTÁ TAMBÉM INCLUÍDA. DESTACA-SE A VERMELHO AS PROPRIEDADES DA ÁGUA A 20 °C	109
TABELA 5.4: RESULTADOS DA MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I), A 20 °C , MEDIDA PELO SISTEMA DE PESAGEM HIDROSTÁTICA PRÉ E PÓS-OTIMIZADO, PELO DENSÍMETRO DE TUBO VIBRANTE E O RESPECTIVO VALOR OBSERVADO POR M. TANAKA.	110

TABELA 5.5: DESVIOS ABSOLUTO E RELATIVO, EM MASSA VOLÚMICA, ENTRE OS RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS REALIZADOS POR PESAGEM HIDROSTÁTICA E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE À ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME) E AO N-DODECANO, ÀS TEMPERATURAS DE REFERÊNCIA t₀ DE 15 °C , 20 °C E 25 °C	111
TABELA 5.6: VALORES DE INCERTEZA RELATIVA ASSOCIADA À MASSA VOLÚMICA DA ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOLUME) E DO N-DODECANO, MEDIDA PELOS MÉTODOS DE PESAGEM HIDROSTÁTICA E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE, ÀS TEMPERATURAS DE REFERÊNCIA t₀ DE 15 °C , 20 °C E 25 °C	114
TABELA 5.7: DESVIOS ABSOLUTO E RELATIVO, EM MASSA VOLÚMICA, ENTRE OS RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS REALIZADOS POR PESAGEM HIDROSTÁTICA E DENSIMETRIA DE TUBO VIBRANTE À ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I), À TEMPERATURA DE 20 °C , NAS FASES DE PRÉ E PÓS-OTIMIZAÇÃO.	115

Siglas, Acrónimos e Abreviaturas

3D	Três Dimensões
CAD	<i>Computer Aided Design</i> (em português – Desenho Assistido por Computador)
CETIAT	<i>Centre Technique des Industries Aérauliques et Thermiques</i>
CGPM	<i>Conférence Générale des Poids et Mesures</i> (em português - Conferência Geral de Pesos e Medidas)
CIPM	<i>Comité International des Poids et Mesures</i> (em português – Comité Internacional de Pesos e Medidas)
C.M.	Centro de Massa
CODATA	<i>Committee on Data for Science and Technology</i> (em português – Comité de Informação para a Ciência e Tecnologia)
COM	<i>Communication Port</i> (em português - Porta de Comunicação)
DC	<i>Direct Current</i> (em português – Corrente Contínua)
DEMI	Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial
DTV	Densimetria de Tubo Vibrante
EA	<i>European Accreditation</i> (em português – Acreditação Europeia)
EMPIR	<i>European Metrology Programme for Innovation and Research</i> (em português – Programa Europeu de Metrologia para Inovação e Investigação)

EURAMET	<i>European Association of National Metrology Institutes</i> (em português – Associação Europeia dos Institutos Nacionais de Metrologia)
FCT/UNL	Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa
i.e.	<i>id est</i> (em português - isto é)
INM	Instituto Nacional de Metrologia
INRIM	<i>Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica</i>
IPQ	Instituto Português da Qualidade
LNM	Laboratório Nacional de Metrologia
LPL	Laboratório de Propriedades de Líquidos
MEF	Método dos Elementos Finitos
MPS	Massas Padrão de Substituição
OIML	<i>Organisation Internationale de Métrologie Légale</i> (em português – Organização Internacional de Metrologia Legal)
PH	Pesagem Hidrostática
PTB	<i>Physikalisch-Technische Bundesanstalt</i>
PTFE	Politetrafluoretileno
SI	Sistema Internacional de Unidades
SPQ	Sistema Português da Qualidade
TLC	Teorema do Limite Central
UE	União Europeia
USB	<i>Universal Serial Bus</i> (em português – Porta Universal)
VIM	<i>Vocabulaire International de Métrologie</i> (em português – Vocabulário Internacional de Metrologia)

Simbologia

A	Ampere
bar	Bar
cd	Candela
cm	Centímetro
C	Coulomb
∂	Derivada parcial
sr	Esterradiano
g	Grama
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
hPa	Hectopascal
Hz	Hertz
h	Hora
J	Joule
K	Kelvin
L	Litro
MPa	Megapascal
m	Metro
mbar	Milibar

mg	Miligrama
mm	Milímetro
mN	Milínewton
min	Minuto
mol	Mole
N	Newton
<i>e</i>	Número de Euler (ou de Neper)
Ω	Ohm
Pa	Pascal
%	Porcentagem
ppm	Partes por Milhão
kg	Quilograma
kgf	Quilograma-força
kHz	Quilohertz
kPa	Quilopascal
RPM	Rotações por minuto
s	Segundo
Σ	Somatório
V	Volt
W	Watt

Objetivos, Motivação e Estrutura da Dissertação

O principal objetivo da presente dissertação prende-se com o estudo, aplicação e otimização do sistema de pesagem hidrostática do Laboratório de Propriedades de Líquidos (LPL) do Instituto Português da Qualidade (IPQ) para a determinação da massa volúmica de líquidos.

Esta iniciativa surgiu recentemente através do projeto de investigação conjunta 17RPT02 rhoLiq do Programa Europeu de Metrologia para Inovação e Investigação (EMPIR), promovido pela Associação Europeia dos Institutos Nacionais de Metrologia (EURAMET). Este projeto tem como principal objetivo o desenvolvimento das capacidades metrológicas na determinação da massa volúmica de líquidos em 8 Institutos Nacionais de Metrologia (INM) emergentes com o foco de atingir a menor incerteza de medição possível recorrendo a sistemas de ponta, permitindo assim estabelecer, em cada um destes países e de acordo com os requisitos de cada, uma cadeia de rastreabilidade metrológica adequada para as medições de massa volúmica [1].

No decorrer do projeto supramencionado será utilizado o método da pesagem hidrostática (i.e., de 1º nível) e o método do densímetro de tubo vibrante (i.e., de 2º nível). Os diferentes métodos de medição encontram-se hierarquizados por níveis de acordo com a sua respetiva fiabilidade. Pretende-se obter uma incerteza expandida de medição na determinação da massa volúmica dos líquidos em questão compreendida nos intervalos $U = [0,002; 0,005]$ kg/m³ e $U = [0,010; 0,050]$ kg/m³, para os métodos da pesagem hidrostática e do densímetro de tubo vibrante, respetivamente.

Com este projeto pretende-se também estabelecer o grau de equivalência das medições de massa volúmica de líquidos através de comparações interlaboratoriais entre os INM participantes bem como a elaboração de guias de operação europeus descritivos das metodologias utilizadas nas medições de massa volúmica, tanto para fluidos newtonianos como para não-newtonianos.

A massa volúmica representa um papel fundamental para diversas indústrias nacionais cujos produtos se baseiam em líquidos, como são exemplo as indústrias petrolíferas, vinícolas e alimentares, devendo assim proporcionar medições precisas na massa volúmica dos seus produtos de modo a cumprirem com diretivas europeias e leis nacionais. Como consequência destas boas práticas, a competitividade destas indústrias é enaltecida e a confiança por parte do consumidor aumentada [1].

Numa primeira fase, foi necessário averiguar em que princípios e pressupostos a pesagem hidrostática assenta, bem como todas as variáveis intrínsecas a este método. Procedeu-se assim à realização de uma pesquisa bibliográfica, sendo apresentada também uma descrição pormenorizada da metodologia atualmente em uso no LPL do IPQ.

De acordo com os objetivos inicialmente traçados para a dissertação, procedeu-se ao desenvolvimento de dois mecanismos automatizados que foram implementados no sistema de pesagem hidrostática consoante os respetivos requisitos funcionais. Estes mecanismos foram programados e devidamente testados para verificar a existência de potenciais não conformidades. De forma a permitir uma melhor compreensão relativamente aos princípios físicos e matemáticos por detrás da pesagem hidrostática e de todo o cálculo de incertezas de medição do método, foram ainda elaboradas folhas de cálculo em Excel®.

De seguida, procedeu-se à realização de ensaios a três líquidos distintos: água ultrapura (tipo I), água deuterada (1,5 % volume) e n-dodecano. O primeiro consiste num líquido cujas propriedades são bem conhecidas e documentadas [2] e foi ensaiado com o propósito de validar o sistema de pesagem hidrostática após a implementação dos mecanismos, enquanto os dois últimos foram estudados no âmbito do projeto de investigação conjunta rhoLiq. Para tal, recorreu-se ao sistema de pesagem hidrostática, antes e após a sua otimização, e ao densímetro de tubo vibrante existente no LPL.

Os resultados obtidos foram meticolosamente analisados e comparados entre si com o intuito de apurar os benefícios que os mecanismos projetados introduziram no sistema de pesagem hidrostática.

Por último, foram tiradas conclusões relativamente ao trabalho realizado bem como apresentadas algumas sugestões e melhorias na perspetiva de trabalhos futuros.

2

Introdução

2.1. Enquadramento

Através de uma parceria entre o LPL do IPQ e o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), foi elaborada a presente dissertação que se centra na aplicação e otimização do sistema de pesagem hidrostática através do projeto e implementação de dois mecanismos automatizados. Estes mecanismos, atuados por mesas lineares elétricas, são responsáveis pela movimentação de massas padrão usadas na pesagem hidrostática e pela correção do menisco formado. A fiabilidade destes dispositivos foi confirmada através da determinação da massa volúmica de uma amostra de água ultrapura produzida no LPL. Para além disso, foram também realizados ensaios na fase de pré-otimização a dois líquidos no âmbito do projeto de investigação conjunta 17RPT02 rhoLiq.

2.2. Estrutura da Qualidade em Portugal

2.2.1. Sistema Português da Qualidade

O Sistema Português da Qualidade (SPQ) é um conjunto composto por entidades e organizações interrelacionadas e interatuantes entre si que, regendo-se por princípios, regras e procedimentos internacionalmente aceites, reúne esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e assegura a coordenação dos seus três subsistemas:

da normalização, da qualificação e da Metrologia. O SPQ visa assim o desenvolvimento sustentável do país e o aumento da qualidade de vida da sociedade no geral [3].

2.2.2. Instituto Português da Qualidade

O Instituto Português da Qualidade é um instituto público que tem como principal objetivo assegurar a procura da qualidade de produtos e serviços para o aumento da qualidade de vida dos cidadãos e da competitividade das atividades económicas num contexto de progressiva liberdade de circulação de bens. É o organismo responsável pela coordenação do SPQ e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe foram conferidos por lei [4].

Enquanto Organismo Nacional Coordenador do SPQ, compete também ao IPQ a sua gestão e desenvolvimento numa perspetiva de integração de todas as componentes relevantes para a melhoria da qualidade de produtos, serviços e sistemas da qualidade e de qualificação de pessoas. No âmbito do SPQ, o IPQ responsabiliza-se também pela gestão de programas de apoio financeiro, intervindo ainda na cooperação com outros países no domínio da qualidade [4].

O IPQ é ainda o Organismo Nacional de Normalização e o Instituto Nacional de Metrologia (INM). Como Organismo Nacional de Normalização, o IPQ está incumbido de promover a elaboração de normas portuguesas, garantindo desta forma a coerência e atualidade do acervo normativo nacional, e o ajustamento da legislação nacional sobre produtos às normas da União Europeia (UE). Enquanto Instituto Nacional de Metrologia, cabe ao IPQ garantir o rigor e exatidão das medições realizadas, assegurando a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida [4].

2.2.3. Subsistemas do Sistema Português da Qualidade

Como referido anteriormente, o SPQ encontra-se dividido em três subsistemas diferentes [3,5]:

- Subsistema da Metrologia: subsistema que garante o rigor, exatidão e rastreabilidade de um conjunto de operações que definem o valor de uma determinada grandeza e engloba todos os aspetos, quer teóricos quer práticos, quaisquer que sejam a sua incerteza e o domínio do conhecimento a que se referem;

- Subsistema da Normalização: subsistema que aglomera as atividades de elaboração de normas e outros documentos de caráter normativo de âmbito nacional, europeu e internacional;
- Subsistema da Qualificação: subsistema que engloba as atividades de acreditação, certificação e outras de reconhecimento de competências e de avaliação da conformidade.

Os ensaios realizados no LPL enquadram-se no âmbito da Metrologia Científica e Aplicada. A primeira entidade é a responsável pela definição das grandezas, das suas respetivas unidades e a materialização física destas, tendo como objetivo proporcionar evoluções no sentido de permitir que a humanidade as realize com um grau de incerteza decrescente e em condições sempre mais expeditas [6]. No que diz respeito à Metrologia Aplicada (por vezes referida como Industrial), esta tem o objetivo de apoiar as atividades de controlo de processos e de produtos, zelando pela sua qualidade metrológica e também pela gestão dos meios de medição que utiliza [7]. Por último, existe ainda a Metrologia Legal, o ramo mais antigo da Metrologia, que se baseia na existência de um regulamento, nacional ou internacional, que torna obrigatório o seguimento de certas operações e procedimentos metrológicos [8].

2.3. Massa Volúmica

De acordo com S. V. Gupta [9], a massa volúmica ρ de sólidos e de líquidos é definida como a massa m por unidade de volume V da substância em questão às condições de pressão e temperatura especificadas:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.1)$$

Apesar de a pressão ter um efeito negligenciável no que diz respeito à massa volúmica de um sólido, o mesmo não se pode aplicar ao caso dos líquidos já que o efeito desta componente é considerável a um certo nível, não podendo de todo ser desprezada em medições de alta precisão da massa volúmica [9].

2.4. Calibrações

As calibrações determinam as características de desempenho de um instrumento, sistema ou material de referência. São normalmente realizadas através de meios como a comparação direta com outros padrões de medição ou materiais de referência certificados [5].

Para a execução do ensaio hidrostático, é fulcral que os instrumentos de medição e padrões que fazem parte do respetivo sistema estejam devidamente calibrados por forma a garantir medições corretas e rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI). Cada um destes instrumentos terá uma incerteza associada ao resultado das suas medições que se encontra dentro de um intervalo com um certo nível de confiança, denotando assim um determinado peso sobre a incerteza final associada à massa volúmica do líquido [5].

2.5. Sistema Internacional de Unidades

O valor de uma grandeza é geralmente expresso como o produto de um número e uma unidade. A unidade é apenas um exemplo particular da grandeza em questão que é usada como referência e o número é a proporção do valor da grandeza à unidade [10].

Para uma determinada grandeza, poderão ser usadas diferentes unidades. Antes de se representar o resultado de uma medição, é essencial que a grandeza em questão seja especificada de forma adequada [10].

O Sistema Internacional de Unidades (SI) tem sido usado por todo o mundo como o sistema preferido de unidades, linguagem básica para a ciência, tecnologia, indústria e comércio desde que foi estabelecido em 1960 por decisão no 11º encontro da *Conférence Générale des Poids et Mesures* (CGPM - Conferência Geral de Pesos e Medidas). Este sistema sempre foi prático e dinâmico, tendo vindo a evoluir no sentido de explorar os mais recentes progressos científicos e tecnológicos. Em particular, os numerosos avanços na Física Atómica e na Metrologia Quântica ao longo dos últimos anos permitiram que algumas unidades tomassem partido de fenómenos atómicos e quânticos para atingir elevados níveis de precisão na sua respetiva definição. Deste modo, a definição das unidades encontra-se meramente limitada pela capacidade técnica disponível e não pelas próprias definições [10].

Após o 26º encontro da CGPM realizado no mês de novembro de 2018, o SI foi sujeito a um vasto número de alterações. Este encontro introduziu uma nova abordagem na definição das unidades no geral, com especial atenção às sete unidades de base, que consistiu em fixar os valores numéricos de sete constantes de "definição". Entre estas constantes, destacam-se a constante de Planck e a velocidade da luz no vácuo, estando as definições das unidades assentes e representando o conhecimento atual das leis da Física. Pela primeira vez, encontra-se disponível um conjunto completo de definições que não se referem a artefactos padrão, materiais de referência ou descrições de medição. Estas alterações proporcionam assim a realização de todas as unidades com uma precisão puramente limitada pela estrutura quântica da natureza e pelas capacidades técnicas disponíveis. Qualquer equação válida da Física que relaciona as constantes de definição com uma determinada unidade pode ser usada na realização desta. A redefinição do SI marcou um passo significativo na história, criando assim oportunidades de inovação e uma realização mais precisa de unidades com a evolução da tecnologia [10].



Figura 2.1: Logotipo do SI após a sua revisão no 26º encontro da CGPM [11].

As unidades base do Sistema Internacional de Unidades e as suas respetivas redefinições após o 26º encontro da CGPM encontram-se apresentadas na **Tabela 2.1**.

Tabela 2.1: Unidades base do Sistema Internacional de Unidades (SI) [10].

Grandeza	Unidade SI	Símbolo	Definição
Tempo	segundo	s	O segundo é definido a partir do valor numérico fixo da frequência do Césio $\Delta\nu_{Cs}$, a frequência de transição hiperfina de repouso do estado fundamental do átomo de Césio 133, equivalente a 9192631770 Hz, que corresponde a s^{-1} .
Comprimento	metro	m	O metro é definido a partir do valor numérico fixo da velocidade da luz no vácuo c , equivalente a 299792458 m/s, onde o segundo é expresso em termos da frequência do Césio $\Delta\nu_{Cs}$.
Massa	quilograma	kg	O quilograma é definido a partir do valor numérico fixo da constante de Planck h , igual a $6,62607015 \times 10^{-34}$ J.s, unidade equivalente $kg.m^2/s$, onde o metro e o segundo são expressos em termos de c e $\Delta\nu_{Cs}$.
Corrente elétrica	ampere	A	O ampere é definido através do valor numérico fixo da carga elétrica elementar e , igual a $1,602176634 \times 10^{-19}$ C, unidade equivalente a A.s, onde o segundo é expresso em termos de $\Delta\nu_{Cs}$.
Temperatura absoluta	kelvin	K	O kelvin é definido considerando o valor numérico fixo da constante de Boltzmann k igual a $1,380649 \times 10^{-23}$ J/K, unidade equivalente a $kg.m^2/s^2.K$, em que o quilograma, metro e segundo são expressos em termos de h , c e $\Delta\nu_{Cs}$.
Quantidade de matéria	mole	mol	Um mole contém precisamente $6,02214076 \times 10^{23}$ entidades elementares. Este número é o valor numérico fixo da constante de Avogadro N_A , expressa em mol^{-1} , também apelidada de número de Avogadro. A quantidade de matéria n de um sistema é uma medida do número de entidades elementares específicas. Uma entidade elementar poderá ser um átomo, uma molécula, um ião, um elétron ou qualquer outra partícula ou grupo específico de partículas.
Intensidade luminosa	candela	cd	A candela é definida considerando o valor numérico fixo da eficácia luminosa da radiação monocromática à frequência de 540×10^{12} Hz, K_{cd} , como sendo 683 W^{-1} , unidade equivalente a $cd.sr/W$ ou $cd.sr.s^3/kg.m^2$, onde o quilograma, metro e segundo são expressos em termos de h , c e $\Delta\nu_{Cs}$.

Enquadramento Teórico

3.1. Princípio de Arquimedes

O método da pesagem hidrostática assenta, sobretudo, no Princípio de Arquimedes que afirma que qualquer corpo, total ou parcialmente imerso num fluido, está sujeito a uma força denominada por impulsão, equivalente ao peso do líquido movido e aplicada no centro de massa deste que atua no sentido contrário à força gravítica.

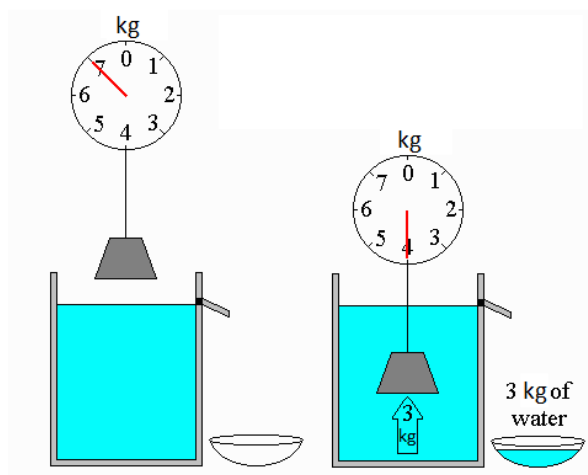


Figura 3.1: Valor de massa registado pela balança de um corpo no vácuo comparado com o valor de massa deste totalmente imerso em água (massa aparente) (adaptado de [12]).

Como se pode constatar pela **Figura 3.1**, o valor de massa registado pela balança a que o corpo se encontra ligado quando suspenso no vácuo reduz-se quando este se

encontra totalmente imerso num fluido. Este fenómeno deve-se ao facto de a impulsão contrariar o peso do corpo, P , sendo que a resultante das forças, F_R , que atua neste se designa por peso aparente, P_a .

Este princípio é válido para todo o tipo de fluidos, sejam eles gases ou líquidos, e a impulsão é dada pela seguinte fórmula:

$$I = \rho_f V_S g \quad (3.1)$$

onde ρ_f corresponde à massa volúmica do fluido, em kg/m^3 , V_S ao volume de sólido imerso, em m^3 , e g à aceleração da gravidade (habitualmente $9,81 \text{ m/s}^2$).

Na pesagem hidrostática que se realiza no LPL do IPQ, o corpo que se encontra submerso no líquido de teste cuja massa volúmica se pretende determinar é uma esfera, normalmente de silício. De uma forma simplificada e através do diagrama de corpo livre da esfera, é possível deduzir-se a fórmula para o cálculo da massa volúmica, ρ_L (kg/m^3), do líquido em questão, dada pela equação (3.2) [13,14].

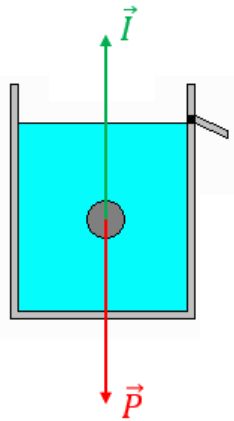


Figura 3.2: Diagrama de corpo livre da esfera de silício quando imersa num líquido (adaptado de [12]).

$$\begin{aligned} \sum F_R = P_a = P - I &\Leftrightarrow m_S^a g = m_S g - \rho_L V_S g \Leftrightarrow m_S^a = m_S - \rho_L V_S \Leftrightarrow \\ &\Leftrightarrow \rho_L V_S = m_S - m_S^a \Leftrightarrow \rho_L = \frac{m_S - m_S^a}{V_S} \end{aligned} \quad (3.2)$$

Sendo os valores da massa da esfera, m_S (kg), e do seu volume imerso, V_S (m^3), conhecidos e a sua massa aparente, m_S^a (kg), determinada por pesagem hidrostática, calcula-se através da equação (3.2) o valor da massa volúmica do líquido de teste.

O valor da massa aparente da esfera poderá ser obtido através de uma pesagem direta através da equação (3.3) [13]:

$$m_S^a = W_{sread} \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_W} \right) \quad (3.3)$$

ou através do método da substituição que permite obter valores com uma menor incerteza de medição como apresentado na equação (3.4) [13,14]:

$$m_S^a = W_W + (W_{Sread} - W_{Wread}) \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_W}\right) \quad (3.4)$$

em que W_W denota o valor de massa das massas padrão de substituição, em kg, W_{Sread} o valor de massa registado pela balança quando carregada com a esfera assente na suspensão (igual nas duas equações), em kg, e W_{Wread} o valor de massa indicado na balança quando carregada apenas com a suspensão em vazio e com as massas padrão de substituição colocadas no seu prato, em kg. De salientar que a parcela $\left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_W}\right)$ comum às equações (3.3) e (3.4) corresponde a uma correção devido à impulsão do ar, ainda que quase negligenciável, onde ρ_A corresponde à massa volúmica do ar no ambiente de pesagem, em kg/m³, e ρ_W à massa volúmica das massas padrão, convencionalmente 8000 kg/m³ [13].

A correção devido ao efeito da impulsão do ar também poderá ser aplicada no valor de massa das massas padrão de substituição, originando desta maneira a seguinte expressão [13,14]:

$$W_W = m_W \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_W}\right) \quad (3.5)$$

onde m_W e ρ_W correspondem aos valores da massa e massa volúmica das massas padrão de substituição cedidos pelos seus certificados de calibração, em kg e kg/m³, respetivamente.

Caso seja necessário recorrer à utilização de várias massas padrão de substituição com diferentes valores de massa, m_{W_i} , e consequentes massas volúmicas distintas, ρ_{W_i} , terão que ser efetuados dois cálculos auxiliares antes de se proceder ao cálculo de W_W . A parcela m_W é dada pela soma dos valores individuais de cada massa padrão m_{W_i} , cedidos pelo certificado de calibração e como se encontra apresentado na equação (3.6). Já a parcela ρ_W é determinada através da média ponderada das massas volúmicas de cada massa padrão fornecida pelo certificado, ρ_{W_i} , como se pode constatar pela equação (3.7).

$$m_W = \sum_{i=1}^n m_{W_i} \quad (3.6)$$

$$\rho_W = \frac{\sum_{i=1}^n m_{W_i} \rho_{W_i}}{m_W} \quad (3.7)$$

Se apenas for conhecida a massa e volume, V_W , das massas de substituição, a sua massa volúmica terá de ser calculada pela relação

$$\rho_W = \frac{m_W}{V_W} \quad (3.8)$$

Se a massa volúmica e o volume das massas padrão forem ambos desconhecidos, deverá ser arbitrado o valor convencional da massa volúmica do aço de $\rho_W = 8000 \text{ kg/m}^3$ [13].

3.2. Massa Volúmica do Ar

A massa volúmica do ar também afeta o método da pesagem hidrostática uma vez que o ar contido no ambiente em que a balança se insere irá introduzir impulsão nas massas padrão de substituição, alterando assim o valor de massa registado pela balança face àquele que se verificaria no vácuo. Deste modo, a massa volúmica do ar deverá ser um parâmetro bem conhecido e alvo de estudo no método em questão.

A massa volúmica do ar, ρ_A (kg/m^3), poderá ser calculada recorrendo à fórmula da CIPM-2007 [13,15], dada pela equação (3.9), cujas condições ambientais de pressão, temperatura absoluta e humidade relativa deverão ser conhecidas.

$$\rho_A = \frac{pM_a}{ZRT} \left[1 - x_v \left(1 - \frac{M_v}{M_a} \right) \right] \quad (3.9)$$

Na equação (3.9), p denota a pressão, em Pa, T a temperatura absoluta, em K, x_v a fração molar de vapor de água, M_a a massa molar de ar seco, em g/mol, M_v a massa molar de água, em g/mol, Z o fator de compressibilidade e R a constante universal dos gases perfeitos, em J/mol K. O valor de R a considerar para esta fórmula é o valor recomendado pela CODATA 2006, ou seja, $R = 8,314472(15) \text{ J/mol K}$.

Para o caso em estudo, a massa molar de ar seco foi baseada na composição da atmosfera padrão nos Estados Unidos da América ao nível médio das águas do mar, registada em 1976, que se apresenta na **Tabela 3.1**.

Tabela 3.1: Composição do ar seco tomada como referência para o cálculo da massa volúmica do ar [15].

Constituent	Molar mass $M_i/(10^{-3} \text{ kg mol}^{-1})$	Mole fraction x_i	Contribution $x_i \cdot M_i/(10^{-3} \text{ kg mol}^{-1})$
N ₂	28.0134	0.780 848	21.874 207
O ₂	31.9988	0.209 390	6.700 229
Ar	39.948	0.009 332	0.372 795
CO ₂	44.01	0.000 40	0.017 604
Ne	20.18	18.2×10^{-6}	0.000 367
He	4.0	5.2×10^{-6}	0.000 021
CH ₄	16.0	1.5×10^{-6}	0.000 024
Kr	83.8	1.1×10^{-6}	0.000 092
H ₂	2	0.5×10^{-6}	0.000 001
N ₂ O	44	0.3×10^{-6}	0.000 013
CO	28	0.2×10^{-6}	0.000 006
Xe	131	0.1×10^{-6}	0.000 013

A massa molar de ar seco é então dada pela equação (3.10) que se segue.

$$M_a = \frac{\sum x_i M_i}{\sum x_i} \quad (3.10)$$

Substituindo os valores da **Tabela 3.1** na equação (3.10), obteve-se o seguinte valor para a massa molar de ar seco:

$$M_a = 28,96546 \times 10^{-3} \text{ kg/mol}$$

De notar que o valor da fração molar de dióxido de carbono x_{CO_2} acima considerado para o cálculo de M_a foi de 0,00040 mol/mol, sendo este um valor médio no ar de laboratório. Contudo, caso seja possível medir a fração molar de CO₂ no ambiente laboratorial, poderá recorrer-se à equação (3.11) para o cálculo da massa molar de ar seco [15].

$$M_a = [28,96546 + 12,011(x_{CO_2} - 0,00040)] \times 10^{-3} \text{ kg/mol} \quad (3.11)$$

Atualmente no LPL, não é necessário recorrer à determinação do valor de x_{CO_2} para se atingir o nível de incerteza pretendido, pelo que é considerado para a massa molar de ar seco o valor $M_a = 28,96546 \times 10^{-3} \text{ kg/mol}$.

A massa molar de ar húmido inclui a fração de vapor de água x_v , reduzindo as restantes frações molares de forma proporcional de modo a que a sua soma continue a totalizar o valor de 1. Verificando que $1 - \frac{M_v}{M_a} = 0,3780$ e substituindo este valor, o va-

lor de $R = 8,314472 \text{ J/mol K}$ e a equação (3.11) na equação (3.9), resulta então a equação (3.12):

$$\rho_A = \frac{[28,96546 + 12,011(x_{CO_2} - 0,00040)]}{8,314472} \times \times \frac{p}{zT} (1 - 0,3780x_v) \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \quad (3.12)$$

que simplificada dá origem à equação (3.13):

$$\rho_A = [3,483740 + 1,4446(x_{CO_2} - 0,00040)] \times \times \frac{p}{zT} (1 - 0,3780x_v) \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \quad (3.13)$$

O parâmetro x_v não é medido diretamente, mas sim determinado em função da humidade relativa, h , ou do ponto de orvalho, t_d . Porém, carecem de ser primeiro conhecidos a pressão de vapor de saturação, p_{sv} , bem como o fator de fugacidade, f , cujas expressões para o seu cálculo são dadas pelas equações (3.14) e (3.15), respetivamente [15].

$$p_{sv} = 1\text{Pa} \times e^{(AT^2+BT+C+\frac{D}{T})} \quad (3.14)$$

Na equação (3.14), A , B , C e D são constantes cujos valores se apresentam de seguida [15]:

$$A = 1,2378847 \times 10^{-5} \text{ K}^{-2}$$

$$B = -1,9121316 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$$

$$C = 33,93711047$$

$$D = -6,3431645 \times 10^3 \text{ K}$$

$$f = \alpha + \beta p + \gamma t^2 \quad (3.15)$$

Na equação (3.15), α , β e γ são também constantes (apresentadas abaixo) e t é a temperatura do ar, em K [15].

$$\alpha = 1,00062$$

$$\beta = 3,14 \times 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$\gamma = 5,6 \times 10^{-7} \text{ K}^{-2}$$

Recorrendo a estes valores, será então possível calcular-se a fração molar de vapor de água através da equação (3.16) [15].

$$x_v = hf(p, t) \frac{p_{sv}(t)}{p} = f(p, t_d) \frac{p_{sv}(t_d)}{p} \quad (3.16)$$

Como os instrumentos de medição existentes no LPL apenas proporcionam a aquisição do valor da humidade relativa no ar, considera-se, logicamente, a primeira igualdade na equação (3.16) para a determinação de x_v .

Por fim, resta apenas demonstrar o procedimento para o cálculo do fator de compressibilidade. Tal é possível recorrendo à equação (3.17) [15]:

$$Z = 1 - \frac{p}{T} [a_0 + a_1 t + a_2 t^2 + (b_0 + b_1 t)x_v + (c_0 + c_1 t)x_v^2] + \frac{p^2}{T^2} (d + ex_v^2) \quad (3.17)$$

em que os parâmetros a_0 , a_1 , a_2 , b_0 , b_1 , c_0 , c_1 , d e e são constantes cujos valores se apresentam de seguida [15]:

$$a_0 = 1,58123 \times 10^{-6} \text{ K Pa}^{-1}$$

$$a_1 = -2,9331 \times 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$a_2 = 1,1043 \times 10^{-10} \text{ K}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$$

$$b_0 = 5,707 \times 10^{-6} \text{ K Pa}^{-1}$$

$$b_1 = -2,051 \times 10^{-8} \text{ Pa}^{-1}$$

$$c_0 = 1,9898 \times 10^{-4} \text{ K Pa}^{-1}$$

$$c_1 = -2,376 \times 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$$

$$d = 1,83 \times 10^{-11} \text{ K}^2 \text{ Pa}^{-2}$$

$$e = -0,765 \times 10^{-8} \text{ K}^2 \text{ Pa}^{-2}$$

De frisar que as equações (3.14) e (3.17) são fórmulas interpoladoras que apenas são válidas em certos intervalos de pressão e temperatura. Estes intervalos determinam a validade da fórmula CIPM-2007 [13,15] bem como das suas antecessoras. Os interva-

los de pressão e temperatura que devem ser respeitados para uma aplicação correta da fórmula são:

$$600 \text{ hPa} \leq p \leq 1100 \text{ hPa}$$

$$15 \text{ }^{\circ}\text{C} \leq t \leq 27 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

3.3. Descrição do Sistema de Pesagem Hidrostática

Os componentes principais de um sistema de pesagem hidrostática são uma balança que permita pesagens no nível abaixo da balança, uma suspensão com um suporte que permita acomodar o sólido imerso, o sólido padrão de massa volúmica, que será uma esfera de silício como referido anteriormente, e um reservatório que contém o líquido de teste cuja massa volúmica pretende ser determinada [13]. Na **Figura 3.3** pode-se observar uma esquematização destes componentes.

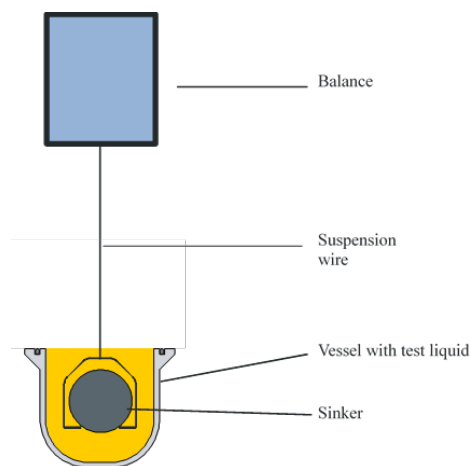


Figura 3.3: Esquematização dos componentes principais que constituem um sistema de pesagem hidrostática [13].

3.3.1. Balança

Sendo o coração de um sistema de pesagem hidrostática, a balança representa o instrumento com a maior influência na incerteza de medição deste método. Por conseguinte, a escolha de uma balança adequada é um parâmetro essencial na capacidade da instalação [13].

O seu intervalo de pesagem deve abranger, no mínimo, o valor máximo da massa da esfera mais a da suspensão quando imersos no líquido. Porém, é recomendado que esta abranja também a massa da esfera em conjunto com a suspensão quando

estes se encontrarem no ar. Este fator permite carregar a balança quando o líquido de teste não se encontra no interior do reservatório [13].

Se o método da substituição for adotado no procedimento da pesagem hidrostática, é recomendado usar massas padrão de classe OIML E1 ou E2 [13,16].

Outro aspecto essencial que se encontra diretamente relacionado com o grau de incerteza de medição é a resolução do instrumento, sendo que esta se caracteriza pela menor variação da grandeza medida que causa uma variação perceptível na indicação correspondente [17]. No LPL, a balança atualmente disponível é uma Mettler Toledo AT400 (**Figura 3.4**) com uma resolução de 0,1 mg e uma capacidade máxima de pesagem de 400 g.



Figura 3.4: Balança Mettler Toledo AT400 constituinte do sistema de pesagem hidrostática do LPL.

Como se pode observar pela **Figura 3.4**, o prato da balança encontra-se isolado do meio envolvente para minimizar as perturbações no ar no ambiente de pesagem. De modo a manter as condições atmosféricas o mais constante possível no ambiente de pesagem, a balança poderá ainda ser coberta com uma campânula como forma de redundância.

3.3.2. Suspensão

A suspensão é ligada à balança através de um gancho situado na parte inferior desta. Consiste normalmente em ganchos, hastes, fios ou até correntes que fazem a ligação entre a balança e um suporte para acomodar a esfera [13].

Quanto ao material dos elementos que fazem parte da suspensão, recomenda-se que estes sejam fabricados em metal por forma a minimizar o seu desgaste devido ao efeito corrosivo dos líquidos [13].

A parte da suspensão que cruza a superfície do líquido de teste deverá ser um fio de menor diâmetro possível de modo a reduzir a massa de menisco formado no ponto de penetração. A formação de menisco é um fenômeno originado pela tensão superficial do líquido na interface com o ar e que neste caso depende também da circunferência do fio que atravessa os dois fluidos. A geometria do menisco não é perfeita, sendo que a fraca reprodutibilidade da sua massa é um dos maiores contribuidores de incerteza uma vez que esta massa será diretamente contabilizada à massa da esfera e da suspensão aquando da pesagem. Deste modo, um fio de 0,1 mm de diâmetro ou menor é recomendado. No entanto, dever-se-á ter em conta que este elemento deverá ser dimensionado de modo a suportar o peso do suporte e da esfera [13].

No que toca ao material do fio da suspensão, é aconselhado que este seja de um metal nobre como, por exemplo, uma liga de platina-irídio. Este tipo de material previne a corrosão do fio na interface líquido-ar que também pode constituir um fator para uma baixa reprodutibilidade da massa do menisco [13].

As dimensões e o formato do suporte do sólido padrão terão que corresponder às características da esfera de maneira a permitir uma correta acomodação da mesma [13].

Na **Figura 3.5** encontram-se representados o suporte do sólido padrão de massa volúmica, fabricado em aço inoxidável, em conjunto com um fio de aço inoxidável AISI 302 de 0,1 mm de diâmetro atualmente utilizados no sistema de pesagem hidrostática do LPL.

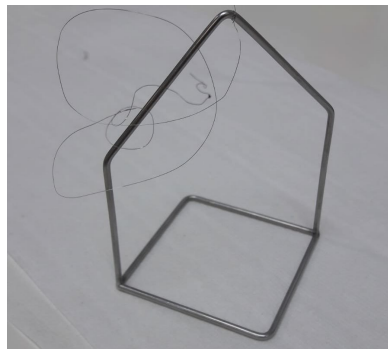


Figura 3.5: Suporte da esfera em aço inoxidável ligado ao fio de aço inoxidável AISI 302 utilizados no sistema de pesagem hidrostática do LPL.

3.3.3. Reservatório do Líquido de Teste

O reservatório que contém o líquido de teste deverá ser projetado de tal forma que permita alojar a suspensão com a esfera apoiada nesta. Para além disso, deverá também conter espaço interior suficiente de modo a acomodar um dispositivo que

permita manipular a esfera bem como um termómetro para possibilitar uma medição direta da temperatura do líquido [13].

Este elemento será mergulhado num líquido termorregulado denominado de banho, razão pela qual o reservatório terá de ser isolado. É aconselhado o uso de um *O-ring* de um material inerte para vedar o interior do reservatório do espaço circundante [13].

É recomendada a utilização de um reservatório de vidro de forma a permitir um controlo visual sobre o correto posicionamento do suporte da esfera, da esfera e do termómetro. Para fechar o reservatório, é aconselhado recorrer a uma flange, preferencialmente de aço inoxidável [13].

Para tornar mais perceptível o nível da altura do líquido de teste e evitar o contacto direto do fio da suspensão com o banho, utiliza-se um tubo de vidro com um diâmetro adequado [13].

Observe-se na **Figura 3.6** uma representação do reservatório com capacidade de 1L do sistema de pesagem hidrostática em uso no LPL bem como o seu respetivo *O-ring* de vedação.

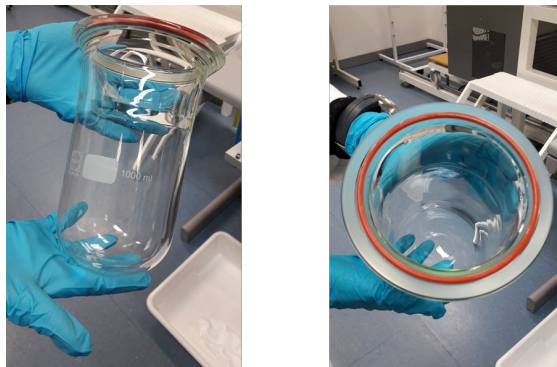


Figura 3.6: Reservatório de 1L de capacidade (à esquerda) e o seu respetivo *O-ring* de vedação (à direita) do sistema de pesagem hidrostática do LPL.

Na **Figura 3.7** é possível observar-se este mesmo reservatório montado à flange que fecha o seu interior bem como o tubo de vidro que permite controlar a altura da coluna de líquido. De notar que o reservatório é primeiro encostado numa junta de politetrafluoretileno (PTFE) que por sua vez será aparafusada a uma flange de aço inoxidável. O *O-ring* ficará constrangido entre a flange e a junta permitindo assim a vedação do interior do reservatório.

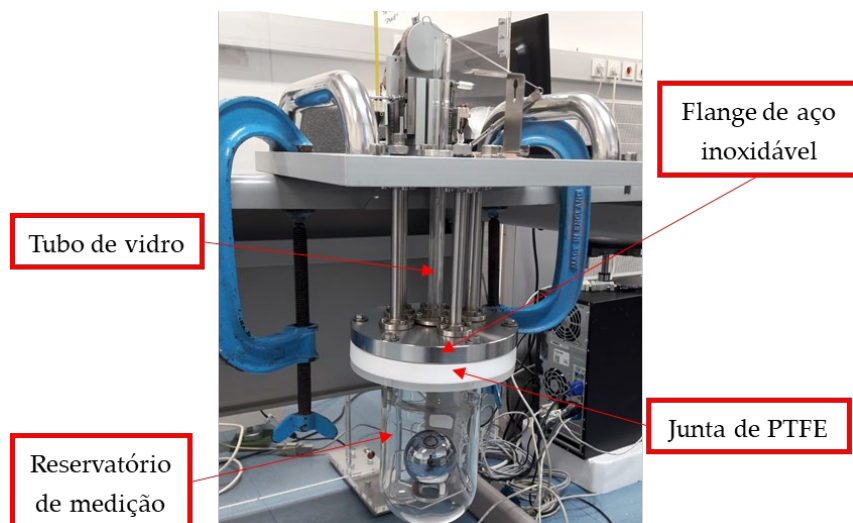


Figura 3.7: Montagem do reservatório através de uma junta de PTFE e de uma flange de aço inoxidável. Tubo de vidro que permite o controlo da coluna de líquido.

3.3.4. Sólido Padrão de Massa Volúmica

O sólido padrão de massa volúmica que será imerso no líquido de teste pode ser de geometria esférica, cilíndrica ou até mesmo cúbica. No entanto, estes sólidos não deverão ser ocos e de paredes finas devido à sua elevada compressibilidade, o que implicaria uma maior suscetibilidade na alteração do seu volume proveniente de variações de pressão. Um sólido padrão de geometria esférica revelou-se ser o mais apropriado por ser facilmente alinhado no seu suporte [13].

No que concerne ao seu material, é típico recorrer-se ao vidro, vidro de quartzo, cerodur (ZERODUR®) ou silício. Todos estes materiais possuem uma massa volúmica ligeiramente acima de 2000 kg/m^3 e, consequentemente, apresentam uma impulsão de cerca de $1/3$ do seu peso quando submersos num líquido de massa volúmica semelhante a um óleo. O material do sólido padrão deve resistir à corrosão provocada pelo líquido de teste, sendo que todos os tipos de material mencionados previamente dispõem desta característica. Porém, deve-se ter em conta que poderá eventualmente ocorrer corrosão quando são usados líquidos de teste altamente corrosivos, soluções salinas e água ultrapura a elevadas temperaturas [13].

Como enunciado anteriormente, o sólido padrão de massa volúmica atualmente em uso no LPL é uma esfera de silício (**Figura 3.8**), calibrada pelo *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB), cujas propriedades às condições de referência (isto é, a uma temperatura de 20°C e a uma atmosfera de 101325 Pa) provenientes do seu certificado de calibração se apresentam na **Tabela 3.2**.



Figura 3.8: Esfera de silício utilizada como sólido padrão de massa volúmica no LPL.

Tabela 3.2: Massa real e volume da esfera de silício, às condições de referência, usada como sólido padrão de massa volúmica no sistema de pesagem hidrostática do LPL. A incerteza expandida de medição U das respetivas grandezas é também apresentada.

Grandeza física	Valor	$U (k = 2)$
Massa real m_s [g]	234,01350	0,00015
Volume V_{s0} [cm ³]	100,47314	0,00025

De salientar que a massa real m_s da esfera é o valor de massa registado pela balança quando esta é pesada no vácuo. Quando a esfera é pesada no ar, o valor registado pela balança é ligeiramente inferior face àquele observado quando esta é pesada no vazio. Este fenómeno resulta da impulsão que o ar exerce na esfera. O menor valor de massa registado pela balança é também considerado uma massa aparente.

Outra noção importante na Metrologia é o conceito de massa convencional m_c de um corpo de massa volúmica ρ , sendo definida como o valor numérico de massa m de um padrão de massa, de massa volúmica $\rho_c = 8000 \text{ kg/m}^3$, que equilibra o corpo a 20°C numa atmosfera cujo ar apresenta uma massa volúmica $\rho_0 = 1,2 \text{ kg/m}^3$ [16]. O valor de massa m do padrão é equivalente à massa real do corpo em questão. A relação entre massa convencional e massa real é dada pela equação (3.18).

$$m_c \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_c}\right) = m \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right) \quad (3.18)$$

Apesar de serem conhecidos os parâmetros de massa real e volume da esfera de silício às condições de referência, o ensaio hidrostático nunca será realizado nestas condições ideais, pelo que o volume da esfera, V_s , estará dependente da pressão, p , e temperatura, t , a que esta se encontra, isto é, $V_s(t, p)$. A dependência do volume da esfera com estas variáveis encontra-se apresentada na equação (3.19).

$$V_S(t, p) = V_{S0}(1 + \gamma_{Si}(t - t_0))(1 - k_{Si}(p - p_0)) \quad (3.19)$$

Na equação acima, V_{S0} denota o volume da esfera de silício medido às condições de referência, em m^3 , γ_{Si} o coeficiente linear de expansão térmica do silício, em K^{-1} , t_0 a temperatura de referência definida pelo laboratório, em $^{\circ}\text{C}$, k_{Si} o coeficiente de compressibilidade isotérmica do silício, em Pa^{-1} , e p_0 a pressão atmosférica de referência (101325 Pa).

Por questões de simplificação, considera-se que t é a temperatura no centro de massa da esfera e que esta tem um valor aproximado à temperatura do líquido de teste.

Salienta-se também que a pressão p , em Pa, exercida na esfera corresponde à soma entre a pressão atmosférica registada às condições do ensaio, p_{atm} (Pa), e a pressão hidrostática devido à coluna de líquido acima do centro de massa desta, p_H (Pa). A pressão a que a esfera se encontra sujeita é então dada por:

$$p = p_{atm} + p_H \quad (3.20)$$

Para o cálculo da pressão hidrostática é necessário conhecer-se *a priori* a massa volúmica do líquido de teste, ρ_L , bem como a altura de coluna de líquido que se encontra acima do centro de massa da esfera, h (m), tal como se encontra ilustrado na **Figura 3.9**.

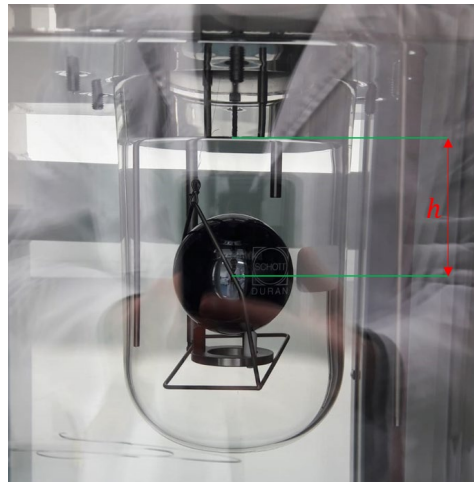


Figura 3.9: Altura de coluna de líquido de teste acima do centro de massa da esfera de silício.

A massa volúmica do líquido de teste é então estimada pelo método do densímetro de tubo vibrante (**Figura 3.10**) e a altura de coluna de líquido é estimada através

da captura de imagem por uma câmara (**Figura 3.11**) seguida da conversão de pixéis para uma unidade de comprimento. A pressão hidrostática exercida sobre a esfera calcula-se de acordo com a equação (3.21):

$$p_H = \rho_L g h \quad (3.21)$$

sendo g a aceleração gravítica.



Figura 3.10: Densímetro de tubo vibrante Anton Paar DMA 5000 do LPL.



Figura 3.11: Câmara Basler Ace acA2040-35gc com lentes Edmund Optics para captura de imagem disponível no LPL.

O coeficiente linear de expansão térmica de um sólido, γ , é um parâmetro que mede a variação infinitesimal de comprimento do corpo fazendo variar a temperatura deste e mantendo a pressão constante, sendo dado pela equação (3.22) [18,19]:

$$\gamma = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T} \quad (3.22)$$

onde ΔL representa a variação de comprimento do sólido, em m, L_0 o comprimento inicial do sólido, em m, e ΔT a variação de temperatura a que o corpo está sujeito, em °C.

Partindo da equação (3.22) e de um sólido retangular em silício, Okaji [19] determinou os valores do coeficiente linear de expansão térmica do silício no intervalo de

temperatura de 300 K a 1300 K com o auxílio de um dilatômetro interferométrico. Recorrendo ao método dos mínimos quadrados, estes valores foram ajustados por uma função polinomial de 5ª ordem em função da temperatura. Resultou assim a seguinte equação:

$$\gamma_{Si} = (A + BT + CT^2 + DT^3 + ET^4 + FT^5) \times 10^{-6} \quad (3.23)$$

onde T é a temperatura absoluta, em K, e A, B, C, D, E e F são constantes cujos valores se apresentam abaixo [19]:

$$A = -3,6599918 \text{ K}^{-1}$$

$$B = 3,9577389 \times 10^{-2} \text{ K}^{-2}$$

$$C = -8,6489150 \times 10^{-5} \text{ K}^{-3}$$

$$D = 9,6569768 \times 10^{-8} \text{ K}^{-4}$$

$$E = -5,3256454 \times 10^{-11} \text{ K}^{-5}$$

$$F = 1,1548206 \times 10^{-14} \text{ K}^{-6}$$

Por questões simplificativas, considera-se T como sendo a temperatura no centro de massa da esfera de silício com um valor aproximado à temperatura do líquido de teste.

No que diz respeito ao coeficiente de compressibilidade isotérmica da esfera de silício em uso no LPL, foi considerado para esta componente o valor $k_{Si} = (1,022 \pm 0,010) \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ [20].

3.3.5. Medição da Temperatura do Líquido de Teste

A temperatura é outra grandeza de indispensável controlo e medição no método da pesagem hidrostática. Dado que a expansão térmica dos líquidos é tipicamente elevada (na ordem dos 10^{-3} K^{-1}), a falta de monitorização da temperatura do líquido de teste poderá conduzir a um aumento significativo das incertezas de medição [13].

Uma incerteza na ordem de $0,1 \text{ kg/m}^3$ na determinação da massa volúmica do líquido exige uma incerteza máxima na medição da temperatura na ordem de $0,1 \text{ K}$ e assim sucessivamente. Por este motivo, é recomendado instalar o termómetro no interior do reservatório e em contacto directo com líquido de teste. Para medições de elevada precisão, aconselha-se o uso de um termómetro de resistência de platina [13].

No LPL, recorre-se a um termómetro com duas resistências de platina de 100 Ω (Anton Paar MKT50), ilustrado na **Figura 3.12**, com uma resolução de 0,001 $^{\circ}\text{C}$.



Figura 3.12: Termómetro Anton Paar MKT50 (à esquerda) e respetivas resistências de platina de 100 Ω para medição da temperatura do líquido de teste no LPL (à direita).

3.3.6. Termorregulação do Líquido de Teste

A temperatura no interior do reservatório que contém o líquido de teste e a esfera deve-se encontrar estabilizada aquando das medições para a determinação da massa volúmica do líquido. Para que esta condição seja cumprida, o reservatório é colocado no interior de um banho termorregulado [13].

Dever-se-á tomar em conta que o material de que a esfera é fabricada tem uma condutividade térmica reduzida quando comparada com a condutividade térmica do líquido de teste e do líquido refrigerante do banho. Deste modo, o tempo necessário para que a temperatura no centro geométrico da esfera estabilize será sempre superior ao necessário pelo líquido de teste. De uma forma geral, recomenda-se um tempo de espera de cerca de 30 minutos após a estabilização da temperatura no líquido de teste para que a temperatura no centro geométrico da esfera estabilize [13].

Um sistema que permita regular a temperatura do banho será um tanque com um termóstato incorporado. Para um intervalo de temperaturas de ensaio entre os 5 $^{\circ}\text{C}$ e 95 $^{\circ}\text{C}$, o líquido refrigerante do banho poderá ser água; no caso de temperaturas elevadas, um óleo poderá ser usado e para baixas temperaturas, etanol ou um anticongelante servirão para o efeito [13].

Na **Figura 3.13** encontra-se representado o banho termorregulado Tamson TV7000LT utilizado no LPL.

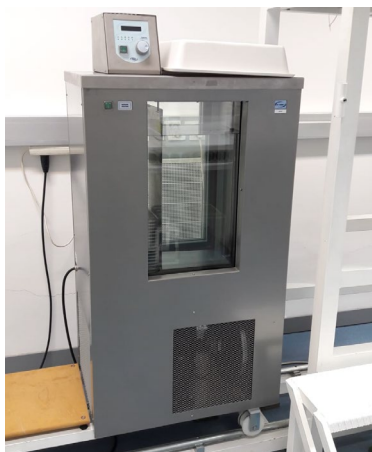


Figura 3.13: Banho termorregulado Tamson TV7000LT do sistema de pesagem hidrostática do LPL.

3.3.7. Dispositivos de Manipulação

Dado que as medições para a determinação da massa volúmica do líquido de teste são feitas com a suspensão livre e carregada com o sólido padrão de massa volúmica, é útil recorrer-se a um dispositivo que permita manipular o sólido padrão sem ter que se abrir o sistema, facto este que poderia eventualmente causar perturbações no interior do reservatório resultando em medições com um maior grau de incerteza. Para o caso em que o sólido padrão de massa volúmica é uma esfera, este dispositivo poderá consistir num apoio de geometria anelar, triangular ou de três pontos. Este mecanismo deve possuir movimento vertical de modo a carregar e descarregar o sólido padrão do suporte da suspensão [13].

A implementação de um sistema motorizado permite a automatização deste dispositivo proporcionando assim a sua operação sem entrar em contacto direto com o equipamento, beneficiando de uma melhor estabilidade térmica no sistema. Este dispositivo pode ainda ser otimizado através de controlo por computador [13].

A alimentação do líquido de teste para o interior do reservatório é feita através de um tubo que atravessa um orifício existente na flange do reservatório.

Dever-se-á ter em conta que qualquer dispositivo que seja inserido no interior do reservatório pode afetar a estabilidade térmica do sistema e criar gradientes de temperatura. Desta forma, deve-se optar por mecanismos de um material com baixa condutividade térmica [13].

O LPL dispõe de um mecanismo de manipulação da esfera de silício totalmente automatizado, desenvolvido pelo *Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica* (INRIM), e controlado em ambiente LabVIEW® como ilustrado na **Figura 3.14**. Este dispositivo

incorpora já a flange de isolamento do reservatório bem como todos os orifícios de alimentação dos restantes componentes.

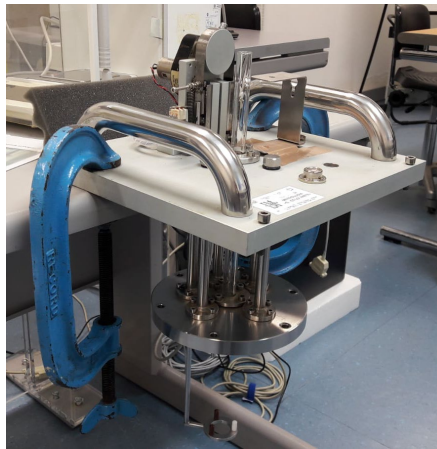


Figura 3.14: Mecanismo de manipulação do sólido padrão de massa volúmica do sistema de pesagem hidrostática do LPL.

3.3.8. Medição das Condições Ambientais

Como referido anteriormente, a massa volúmica do ar na zona de pesagem é um parâmetro fundamental para o cálculo da impulsão do ar, pelo que é necessária a medição da pressão, temperatura e humidade relativa do ar. É, portanto, imprescindível recorrer a um equipamento adequado que permita a medição destas grandezas.

No LPL é utilizada uma unidade de leitura VAISALA PTU300, representada na **Figura 3.15**, que integra três sensores: um de pressão, outro de temperatura e ainda outro de humidade relativa. Este instrumento apresenta uma resolução de 0,01 kPa com um intervalo de medição de 50 kPa a 110 kPa para o barómetro, uma resolução de 0,1 % para o higrómetro e uma resolução de 0,1 °C para o termómetro.



Figura 3.15: Sensor de pressão, temperatura e humidade relativa VAISALA PTU300 em uso no LPL.

Apresenta-se na **Figura 3.16** uma esquematização do sistema completo de pesagem hidrostática existente no PTB, semelhante àquele que encontramos no LPL do IPQ, e na **Figura 3.17** o sistema atualmente existente no LPL.

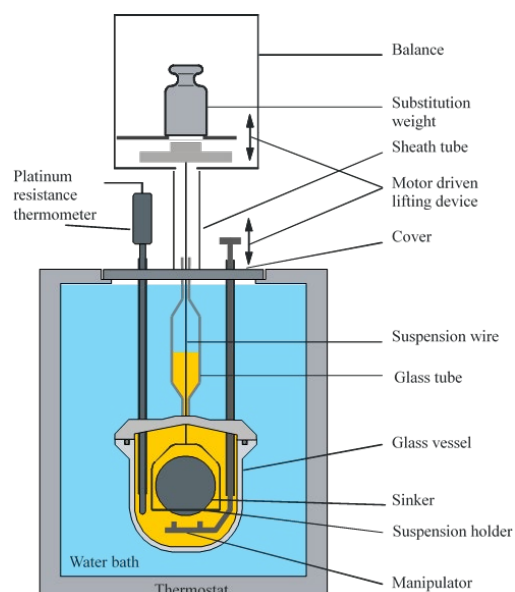


Figura 3.16: Esquematização do sistema de pesagem hidrostática existente no PTB e semelhante ao do LPL do IPQ [13,14].



Figura 3.17: Sistema de pesagem hidrostática atualmente em uso no LPL.

3.4. Métodos de Pesagem de um Sistema de Pesagem Hidrostática

Existem dois procedimentos distintos de pesagem que podem ser adotados no método da pesagem hidrostática: a pesagem direta e o método da substituição. Como o método da substituição é aquele em vigor no LPL e permite atingir resultados com um menor grau de incerteza, optou-se apenas por abordar este em maior detalhe.

O método da substituição funciona como uma calibração “instantânea” da balança, recorrendo para o efeito a massas padrão calibradas por uma entidade competente, neste caso, pelo Laboratório de Massa do IPQ. Deverão ser usadas massas padrão de classe OIML E1 ou E2. No LPL são usadas massas padrão de substituição de classe OIML E2. As massas de classe OIML E1 possibilitam um nível de incerteza de medição relativamente inferior face àquele procurado no método da pesagem hidrostática não sendo, portanto, estritamente necessárias.

Numa fase preliminar ao método da substituição, começa-se por medir a massa aparente da esfera no líquido de teste. Para tal, faz-se a tara da balança com a suspensão livre já acoplada a esta e imersa no líquido de teste e procede-se a uma pesagem direta da esfera assente na suspensão, ambas mergulhadas no líquido. O valor desta pesagem direta será, efetivamente, o valor da massa aparente da esfera no líquido de teste.

A sequência de pesagem do método da substituição em vigor no LPL está em conformidade com o programa em LabVIEW® fornecido em conjunto com o mecanismo de manipulação da esfera e posteriormente retificado pelo IPQ (**Figura 3.18**). Esta sequência é:

- 1) Suspensão livre no líquido de teste, $W_{Susp\ 1}$
- 2) Suspensão livre no líquido de teste e massas padrão colocadas no prato da balança, $W_{Ref\ 1}$
- 3) Suspensão livre no líquido de teste, $W_{Susp\ 2}$
- 4) Esfera assente no suporte da suspensão, ambos no líquido de teste, W_{Esfera}
- 5) Suspensão livre no líquido de teste, $W_{Susp\ 3}$
- 6) Suspensão livre no líquido de teste e massas padrão colocadas no prato da balança, $W_{Ref\ 2}$
- 7) Suspensão livre no líquido de teste, $W_{Susp\ 4}$

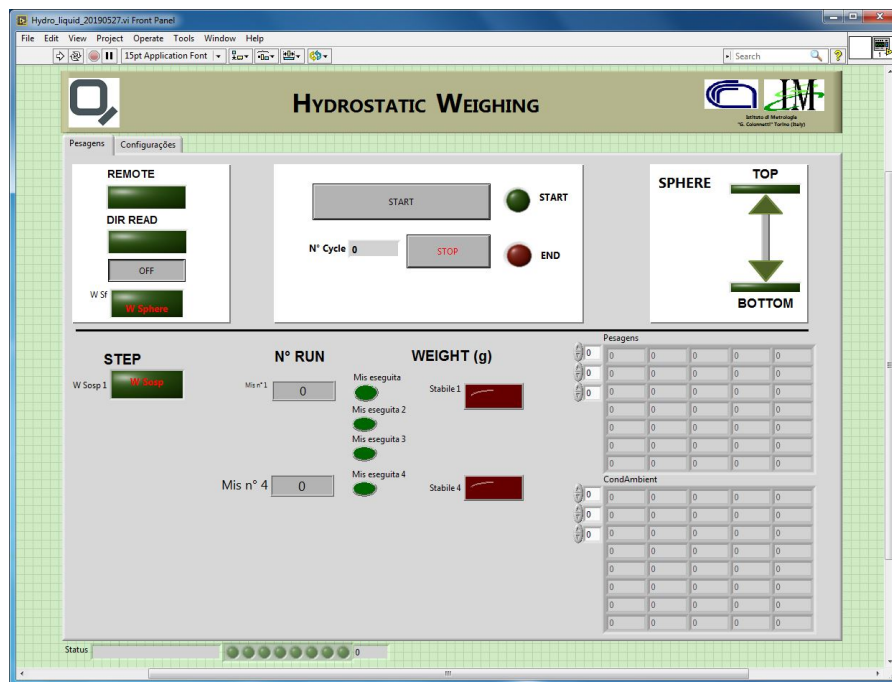


Figura 3.18: Programa em linguagem LabVIEW® em uso no LPL para a automatização do procedimento do método da pesagem hidrostática.

De notar que os dados provenientes de cada instante de pesagem, das temperaturas do líquido e do banho e das medições efetuadas às condições atmosféricas são gravados de forma automática pelo programa, no fim de cada ensaio, num ficheiro do tipo *.txt* escolhido pelo utilizador.

O valor de massa do conjunto de massas padrão a colocar no prato da balança aquando dos passos 2) e 6) deve corresponder a um valor próximo da massa aparente da esfera imersa no líquido (com aproximação à g). É por este motivo que é importante determinar *a priori* a massa aparente da esfera no líquido de teste num ensaio preliminar de modo a escolher-se o conjunto de massas padrão de substituição. Como o valor indicado pela balança nas diferentes pesagens é um número decimal, o valor de massa do conjunto de massas padrão de substituição a colocar no seu prato também o será, pelo que deverão ser considerados dois casos distintos: uma majoração e uma minoração do valor de massa do conjunto. De salientar que a majoração e a minoração diferem em 1 g.

O passo 5) tem o propósito de averiguar o efeito da formação de menisco devido às oscilações provocadas no fio da suspensão quando a esfera é descarregada do seu suporte. Para se obterem resultados fidedignos, deverá garantir-se que $W_{susp\ 2} \cong W_{susp\ 3} + \Delta m$, onde Δm representa uma variação de massa aceitável definida pelo laboratório. Caso contrário, a sequência terá de ser reiniciada.

O valor de W_{Esfera} medido no decorrer do método da substituição será posteriormente substituído na parcela W_{Sread} da equação (3.4). Quanto aos valores $W_{Ref\ 1}$ e $W_{Ref\ 2}$, é feita uma média aritmética dos dois e depois substitui-se na parcela W_{Wread} da mesma equação. Estando a sequência de pesagem concluída, determina-se então a massa volúmica do líquido de teste recorrendo à equação (3.2).

3.5. Condições de Referência

Por definição, as condições de referência são condições de funcionamento estabelecidas para avaliar o desempenho de um dado instrumento ou sistema de medição ou para comparar resultados de medição [5,21]. Por forma a garantir uma comparação credível de resultados entre os laboratórios dos diversos INM, é essencial que a massa volúmica do líquido determinada às condições de ensaio seja corrigida para as condições de referência.

Como mencionado anteriormente, a temperatura de referência t_0 , em °C, é definida pelo conjunto de laboratórios entre os quais será realizada a comparação de resultados, tomando como referência uma pressão atmosférica $p_0 = 101325$ Pa. A correção da massa volúmica do líquido de teste para as condições de referência é dada pela equação (3.24).

$$\rho_L(t_0, p_0) = (\rho_L - \gamma_L(t_L - t_0))(1 + k_L(p_0 - p)) \quad (3.24)$$

Na equação anterior, ρ_L é a massa volúmica do líquido determinada às condições de ensaio, em kg/m³, γ_L o coeficiente cúbico de expansão térmica do líquido, em kg/m³.K, t_L a temperatura de ensaio do líquido, em °C, k_L o coeficiente de compressibilidade isotérmica do líquido, em Pa⁻¹, e p a pressão atmosférica às condições de ensaio, em Pa.

3.6. Formação de Menisco

O menisco é a curvatura que se forma à superfície de um determinado líquido próximo da superfície de contacto do reservatório que o contém ou de outro sólido que entre em contacto com o líquido, originado pela tensão superficial deste [22].

Um menisco côncavo ocorre quando as partículas do líquido em questão são mais atraídas pelas paredes do sólido em contacto com o líquido (forças de adesão) do que a atração existente entre elas (forças de coesão). Já um menisco convexo ocorre quando as partículas do líquido possuem uma maior atração entre si do que com as paredes do sólido em contacto com o líquido [22].

Na interface líquido-ar, a maior atração entre as partículas do líquido devido às forças de coesão face à atração entre as partículas deste com o ar (forças de adesão) é a responsável pela tensão superficial do líquido [23].

A combinação entre as forças de coesão e de adesão resulta no fenómeno denominado por capilaridade. A altura de coluna de líquido h relativamente à sua superfície livre devido ao efeito da capilaridade é limitada pela tensão superficial do líquido e pela gravidade [24].

Observe-se na **Figura 3.19** as duas formas distintas que o menisco pode tomar com a respetiva altura de coluna de líquido formada na superfície de contacto entre o líquido e o reservatório.

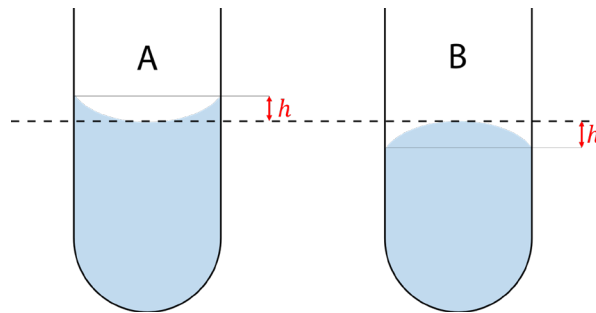


Figura 3.19: A - menisco côncavo; B - menisco convexo (adaptado de [21]).

No caso do sistema de pesagem hidrostática, o menisco formado resulta da penetração do fio da suspensão no líquido de teste, sendo a sua fraca reprodutibilidade uma das maiores fontes de incerteza do método. A experiência revelou que a fraca reprodutibilidade na formação do menisco ocorre maioritariamente quando o nível do líquido de teste aumenta, sendo uma melhor reprodutibilidade registada por uma redução no nível do líquido [13].

De modo a otimizar-se a reprodutibilidade do menisco, o nível do líquido de teste poderá ser aumentado por um curto intervalo de tempo e reduzido logo de seguida ao seu nível inicial antes de se efetuar uma pesagem. Uma alternativa a este método poderá consistir na introdução de uma haste no líquido e removê-la ao fim de alguns segundos numa fase anterior a cada pesagem [13].

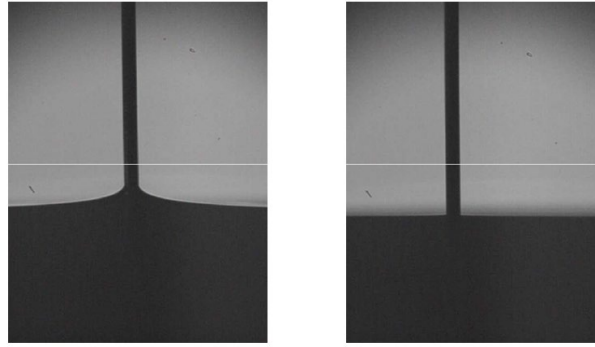


Figura 3.20: Formação de menisco aquando penetração do fio da suspensão no líquido de teste. À esquerda, um menisco de massa considerável e à direita, um menisco de baixas proporções.

A fim de se estimar a massa de menisco formada pela penetração do fio da suspensão na superfície do líquido de teste, recorre-se à equação (3.25) sugerida pelo CETIAT [25]:

$$\Delta m = \frac{\pi D_{ext} \sigma}{g} \quad (3.25)$$

sendo Δm a massa de menisco, em kg, D_{ext} o diâmetro exterior do fio, em m, σ o coeficiente de tensão superficial na interface aço inoxidável-ar-líquido, em N/m, e g a aceleração gravítica, em m/s².

3.7. Erros de Medição

Uma medição perfeita, isto é, sem erros associados, só é possível se um sistema de medição perfeito também existir e se a mensuranda assumir apenas um único valor, perfeitamente definido e estável. Neste caso ideal, o resultado de uma medição poderia ser expresso por um só valor e unidade de medição [26].

O erro de medição é definido como a diferença entre o resultado individual de uma grandeza medida e o seu valor verdadeiro [26,27]:

$$\text{Erro de Medição} = \text{Valor Medido} - \text{Valor Verdadeiro} \quad (3.26)$$

Como tal, o erro de medição assume apenas um único valor e poderá à partida ser aplicado ao valor medido de forma a corrigi-lo. O resultado de uma análise após correção poderá, por ventura, ser bastante próximo do valor da mensuranda e, por

consequência, apresentar um erro desprezável. O resultado corrigido será então dado pela equação (3.27) [27]:

$$\text{Valor Corrigido} = \text{Valor Medido} - \text{Erro de Medição} \quad (3.27)$$

Um erro de medição está geralmente associado a duas componentes, nomeadamente, uma aleatória e outra sistemática [27].

Os erros aleatórios advêm por norma de variações imprevisíveis de quantidades que influenciam o valor medido. Estes efeitos aleatórios originam variações em observações repetidas da mensuranda. O erro aleatório de um resultado analítico não pode ser compensado, mas poderá ser reduzido aumentando o número de observações [27].

Diversos fatores contribuem para o aparecimento dos erros aleatórios, tais como a existência de folgas, forças de atrito, flutuações de tensão elétrica, instabilidades internas e condições ambientais [26].

Por outro lado, os erros sistemáticos são uma componente que, no decorrer de um certo número de análises da mesma mensuranda, permanece constante ou varia de uma forma previsível. Tratando-se de uma componente independente do número de medições realizadas, não poderá assim ser reduzida através do aumento do número de análises sob as mesmas condições [27].

Erros sistemáticos constantes, tais como a falta de compensação do efeito do branco num ensaio ou imprecisões na calibração de um instrumento multiponto, são constantes para um certo nível do valor de medição, mas podem variar com o nível do valor medido. Efeitos que variam sistematicamente em amplitude durante uma série de análises, originados, por exemplo, pelo controlo inadequado de condições experimentais, provocam erros sistemáticos não constantes [27].

3.8. Incertezas de Medição

3.8.1. Introdução

O termo “incerteza” significa, de uma forma geral, “dúvida”. Num sentido mais concreto, a incerteza de medição é definida como a dúvida relativa à validade de um resultado proveniente de uma medição. A expressão de um resultado de medição

só está completa quando contém o valor atribuído à mensuranda e a respetiva incerteza de medição associada a esse valor [28,29].

De acordo com o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) [21], a definição formal do termo “incerteza de medição” é um parâmetro, associado ao resultado da medição, que caracteriza a dispersão de valores que podem ser moderadamente atribuídos à mensuranda.

A incerteza associada ao resultado de uma medição reflete a falta de conhecimento do valor exato da mensuranda. O resultado de uma medição após correção para efeitos sistemáticos conhecidos resume-se apenas a uma estimativa do valor da mensuranda devido à incerteza proveniente de efeitos aleatórios e de imperfeições na correção deste mesmo resultado para os efeitos sistemáticos [28].

Como o resultado de uma medição se trata apenas de uma estimativa do valor verdadeiro da mensuranda, a incerteza revela-se essencial para expressar o grau de “dúvida” associado a este resultado. Desta forma, a incerteza representa um papel fundamental em diversos domínios, tais como [30]:

- Na calibração de equipamentos, instrumentos de medição e padrões, para aferir se os mesmos se encontram dentro das tolerâncias definidas;
- Na área de ensaios, para averiguar se um resultado poderá ser aprovado;
- No domínio legal, para verificar a conformidade de resultados provenientes de medições;
- No controlo de riscos associados à tomada de decisão da aprovação de uma amostra.

Apesar do resultado corrigido de uma medição poder assumir um valor bastante próximo do valor verdadeiro da mensuranda (e apresentar consequentemente um erro negligenciável), poderá, contudo, contemplar de uma elevada incerteza. Isto deve-se sobretudo ao facto de o analista estar muito inseguro do quão próximo o resultado corrigido se encontra do valor verdadeiro [27,28]. Observe-se na **Figura 3.21** o contraste entre os termos “erro” e “incerteza” de medição.

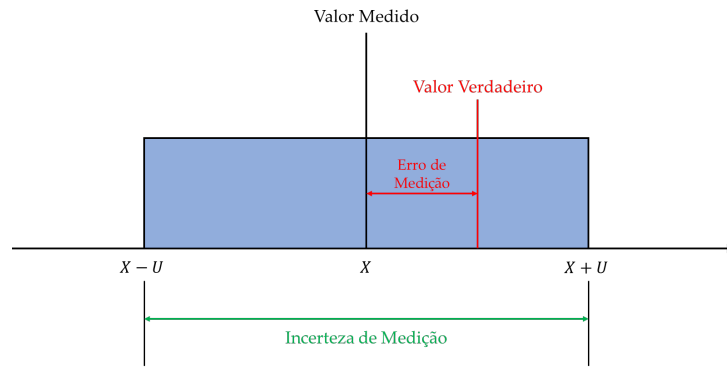


Figura 3.21: Contraste entre “erro” e “incerteza” de medição.

Existem dois métodos distintos para avaliar as componentes de incerteza de medição [28]:

Tipo A: método de avaliação de incertezas por análise estatística

Tipo B: método de avaliação de incertezas por via não estatística

De salientar que esta distinção de metodologias não tem o propósito de indicar a existência de alguma diferença na natureza das componentes resultantes de cada tipo de avaliação. Ambos os métodos de avaliação se baseiam em distribuições de probabilidade e as componentes de incerteza resultantes de ambos são quantificadas por variâncias ou desvios-padrão [28].

Na prática, existem diversas fontes de incerteza numa medição, como, por exemplo [28]:

- Realização incompleta ou imperfeita da definição da mensuranda;
- Amostragem não representativa, isto é, a amostra medida pode não representar a definição da mensuranda;
- Conhecimento inadequado do efeito das condições ambientais na mensuranda ou medição incorreta das condições ambiente;
- Tendência de leitura de instrumentos analógicos por parte do operador;
- Resolução limitada dos instrumentos de medição;
- Valores não exatos de padrões de medição e materiais de referência;
- Variações em observações repetidas da mensuranda sob condições aparentemente idênticas.

Ao estimar a incerteza global, poderá ser necessário considerar as diversas fontes de incerteza e tratá-las individualmente para obter a contribuição de cada uma. Cada contribuição individual para a incerteza global é descrita como uma componente de incerteza. Quando expressa sob a forma de desvio-padrão, uma dada componente de incerteza é tratada por incerteza-padrão. Caso exista uma correlação entre duas ou

mais componentes de incerteza, este facto deverá ser tomado em conta determinando a covariância [27].

3.8.2. Fundamentos Matemáticos

As mensurandas são as grandezas particulares submetidas à medição. Na maioria dos casos, a mensuranda Y não é medida diretamente: é determinada a partir de um certo número N de grandezas de entrada $X_i (i = 1, 2, \dots, N)$ de acordo com a relação funcional apresentada na equação (3.28) [28,29].

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (3.28)$$

As grandezas de entrada X_i de que a grandeza de saída Y depende podem ser consideradas como mensurandas e depender também de outras grandezas, incluindo correções e fatores de correção para efeitos sistemáticos. Por consequência, todas estas grandezas de entrada poderão conduzir a uma relação funcional f extremamente complicada que dificilmente poderá ser escrita de forma explícita [28].

Pelos motivos supramencionados, f poderá ser determinada experimentalmente ou existir apenas como um algoritmo que deve ser avaliado recorrendo a métodos numéricos. Esta relação funcional deverá ser interpretada num contexto abrangente, de uma forma mais concreta como a função que contém todas as grandezas de entrada, incluindo as correções e fatores de correção, que podem contribuir com uma componente de incerteza para o resultado de medição [28].

Caso se revele que f não modele a medição face ao nível de precisão da mensuranda requisitado, devem ser incluídas nesta função grandezas de entrada adicionais que reflitam a falta de conhecimento de um certo fenómeno que possa conduzir a resultados imprecisos da mensuranda [28].

As grandezas de entrada X_i podem ser classificadas como [28]:

- Grandezas cujos valores e componentes de incerteza são diretamente determinados no decorrer de uma medição. Estes valores e componentes de incerteza podem ser obtidos, por exemplo, através de uma ou mais observações ou através de conhecimentos baseados em experiência, podendo envolver correções à indicação dos instrumentos de medição e às grandezas de influência, como é o caso da temperatura ambiente, pressão atmosférica e humidade relativa;

- Grandezas cujos valores e componentes de incerteza provenientes de fontes externas são introduzidos na medição, tais como grandezas associadas a padrões de medição calibrados, materiais de referência certificados e informação de referência retirada de manuais e guias.

Uma estimativa da mensuranda Y , denominada por y , é obtida através da equação (3.28) recorrendo a estimativas de entrada $x_i (i = 1, 2, \dots, N)$ dos valores das N grandezas de entrada X_i . O resultado de medição y é então dado pela equação (3.29) [28].

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (3.29)$$

O desvio-padrão estimado associado ao resultado de medição y , denominado por incerteza-padrão combinada, $u_c(y)$, é determinado com base no desvio-padrão estimado associado a cada estimativa de entrada x_i , apelidado de incerteza-padrão, $u(x_i)$ [28].

Cada estimativa da grandeza de entrada x_i e a sua respetiva incerteza-padrão associada $u(x_i)$ são obtidas através de uma distribuição de possíveis valores da grandeza de entrada X_i . Esta distribuição de probabilidade poderá ser baseada numa série de observações $X_{i,k}$ de cada grandeza X_i ou pode ser uma distribuição *a priori* [28].

3.8.2.1. Avaliação de Incertezas-padrão do Tipo A

A avaliação de incertezas-padrão do Tipo A é o método de avaliação de incertezas pela análise estatística de uma série de observações. Neste caso, a incerteza-padrão é o desvio-padrão experimental da média que provém de um procedimento de cálculo da média ou de uma análise de regressão apropriada. Este tipo de avaliação pode ser aplicado quando várias observações independentes tenham sido efetuadas para uma das grandezas de entrada e nas mesmas condições de medição [29].

Quando n observações ($n > 1$) são estatisticamente independentes, a estimativa da grandeza de entrada X_i repetidamente medida é \bar{X}_i , isto é, a média aritmética dos valores individualmente observados $X_{ik} (k = 1, 2, \dots, n)$ [28,29,31].

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n X_{ik} \quad (3.30)$$

O valor da média aritmética \bar{X}_l obtido pela equação (3.30) é usado como estimativa da grandeza de entrada x_i na equação (3.29) para determinar o resultado de medição y , ou seja, $x_i = \bar{X}_l$ [28,29].

As observações individuais X_{ik} diferem em valor devido a variações aleatórias nas grandezas de influência ou a efeitos aleatórios. Uma estimativa da variância da correspondente distribuição de probabilidade é a variância experimental $s^2(X_{ik})$ dos valores X_{ik} dada pela equação (3.31) [28,29,31].

$$s^2(X_{ik}) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (X_{ik} - \bar{X}_l)^2 \quad (3.31)$$

A estimativa desta variância e a sua respetiva raiz quadrada positiva $s(X_{ik})$ é designada por desvio-padrão experimental. A melhor estimativa da variância da média aritmética \bar{X}_l é a variância experimental da média, dada por [28,29,31]:

$$s^2(\bar{X}_l) = \frac{s^2(X_{ik})}{n} \quad (3.32)$$

A raiz quadrada positiva da variância experimental da média, $s(\bar{X}_l)$, é denominada por desvio-padrão experimental da média [28,29].

Portanto, a incerteza-padrão $u(x_i)$ da estimativa da grandeza de entrada $x_i = \bar{X}_l$ é definida de acordo com a equação (3.33) [28].

$$u(x_i) = s(\bar{X}_l) \quad (3.33)$$

Substituindo as equações (3.31) e (3.32) na equação (3.33), resulta a seguinte expressão [31]:

$$u(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{k=1}^n (X_{ik} - \bar{X}_l)^2} \quad (3.34)$$

Geralmente, quando o número n de medições for pequeno, isto é, $n < 10$, terá de se ter em consideração a fiabilidade da avaliação do Tipo A da incerteza-padrão, expressa pela equação (3.33). Caso o número de observações não possa ser aumentado, deverão ser considerados outros meios alternativos, nomeadamente a estimativa agrupada da variância experimental, s_p^2 [29].

Para uma medição bem caracterizada e sob controle estatístico, a estimativa agrupada da variância s_p^2 pode caracterizar melhor a dispersão do que o desvio-padrão estimado a partir de um número limitado de observações. Nestes casos, o valor da grandeza de entrada X_i é determinado pela média aritmética \bar{X}_i de um pequeno número de n observações independentes, podendo a variância experimental da média ser estimada por:

$$s^2(\bar{X}_i) = \frac{s_p^2}{n} \quad (3.35)$$

sendo a incerteza-padrão associada deduzida do valor da equação (3.33) [28,29].

A variância experimental agrupada de m séries de observações independentes da mesma variável, com variâncias experimentais s_i^2 e v_i graus de liberdade cada, é dada de acordo com a equação (3.36) [29].

$$s_p^2 = \frac{\sum_{i=1}^m v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^m v_i} \quad (3.36)$$

A variância experimental agrupada obtida pela equação anterior possui $v_p = \sum_{i=1}^m v_i$ graus de liberdade [29].

3.8.2.2. Avaliação de Incertezas-padrão do Tipo B

A avaliação de incertezas-padrão do Tipo B é o método de avaliação da incerteza associada a uma estimativa x_i de uma grandeza de entrada X_i por outros meios que os da análise estatística de uma série de observações. A incerteza-padrão $u(x_i)$ é avaliada por apreciação científica baseada em toda a informação disponível sobre a possível variabilidade de X_i . Este tipo de avaliação baseia-se em informação relevante e disponível, tal como [28,29,31]:

- Dados de medições anteriores;
- Experiência e conhecimento do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
- Especificações dos fabricantes;
- Dados fornecidos em operações de calibração e em relatórios técnicos;
- Incertezas atribuídas a dados de referência provenientes de materiais.

O uso adequado da informação disponível para uma avaliação de incertezas-padrão de medição do Tipo B exige discernimento baseado na experiência e conhecimento específico, tratando-se de um saber que pode ser aprendido com a prática. Uma

avaliação de Tipo B bem fundamentada pode ser tão fiável como uma avaliação de Tipo A, especialmente numa situação de medição em que a avaliação de Tipo A é baseada apenas num número comparativamente pequeno de observações estatisticamente independentes [28,29].

As incertezas-padrão do tipo B são determinadas a partir de uma função de densidade de probabilidade com base no nível de crença de um dado evento acontecer. De entre as várias distribuições de probabilidade existentes, destacam-se as seguintes [28,31]:

- **Distribuição Normal:** Se o valor da estimativa de entrada x_i for retirado das especificações do fabricante, de certificados de calibração, de manuais ou de outras fontes e a sua respetiva incerteza considerada particularmente como um múltiplo de um desvio-padrão, então a incerteza-padrão $u(x_i)$ é dada simplesmente pelo quociente entre o valor da incerteza referido, a , e o fator de expansão, k :

$$u(x_i) = \frac{a}{k} \quad (3.37)$$

A incerteza da estimativa x_i proveniente das fontes mencionadas anteriormente não tem de ser necessariamente expressa como um múltiplo de um desvio-padrão. Esta poderá ser especificada para um dado nível de confiança (90%, 95% ou 99%). Caso não seja explicitamente mencionado em contrário, pode-se assumir que se recorreu a uma distribuição normal (ou de Gauss) para se calcular a incerteza de x_i . Para esta distribuição, os fatores de expansão correspondentes aos três níveis de confiança enunciados são 1,64, 1,96 e 2,58, respetivamente.

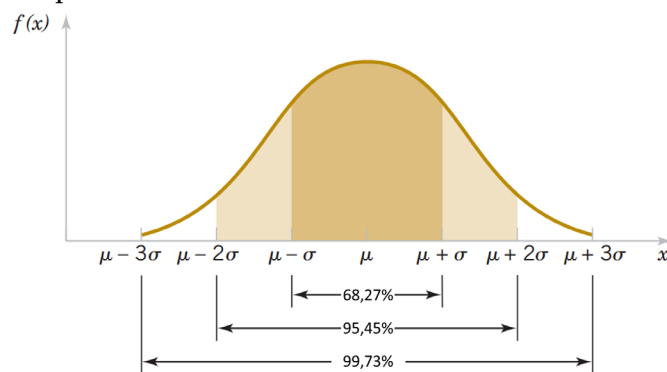


Figura 3.22: Função de densidade de probabilidade da distribuição normal (adaptado de [32]).

- Distribuição Retangular: Noutros casos, poderá ser possível estimar apenas os limites superior e inferior da grandeza de entrada X_i . Em particular, é possível afirmar que “a probabilidade do valor de X_i se encontrar dentro do intervalo $[a^-, a^+]$, para todas as circunstâncias práticas, é igual a um e a probabilidade do valor de X_i se encontrar fora deste mesmo intervalo é zero”. Caso não exista nenhum conhecimento específico de que aos valores possíveis de X_i se encontrem dentro do intervalo, assume-se que é igualmente provável que X_i se encontre dentro deste, sendo a^- e a^+ os limites de uma distribuição retangular (ou uniforme) de valores possíveis de X_i . Então, x_i , isto é, o valor esperado de X_i , é o ponto médio do intervalo $[a^-, a^+]$, sendo $x_i = \frac{a^- + a^+}{2}$ com variância associada dada pela equação (3.38).

$$u^2(x_i) = \frac{(a^+ - a^-)^2}{12} \quad (3.38)$$

Se o intervalo for simétrico, então a diferença entre os seus extremos, isto é, $a^+ - a^-$, será igual a $2a$. Substituindo este valor na equação (3.38), resulta a seguinte expressão:

$$u^2(x_i) = \frac{a^2}{3} \quad (3.39)$$

A incerteza-padrão da estimativa de entrada x_i resulta da aplicação da raiz quadrada positiva à equação (3.39), dando origem à equação (3.40).

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (3.40)$$

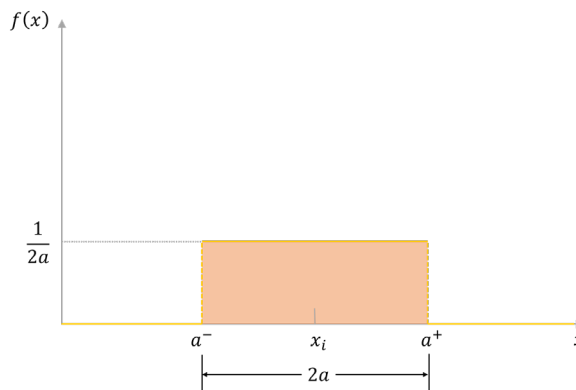


Figura 3.23: Função de densidade de probabilidade da distribuição retangular.

- Distribuição Triangular: A descontinuidade característica de uma função de grau numa distribuição de probabilidade não retrata na totalidade o fenómeno físico, tal como é o caso da distribuição retangular. Em muitos dos casos, é mais realista esperar que os valores de X_i próximos dos limites do intervalo $[a^-, a^+]$ sejam menos prováveis do que aqueles próximos do ponto médio. É, portanto, sensato substituir a distribuição retangular simétrica por uma distribuição trapezoidal também simétrica cujas extremidades apresentem declives idênticos (isto é, um trapézio isósceles). A base maior do trapézio tem um comprimento de $a^+ - a^- = 2a$ e a base menor de $2a\beta$, onde $0 \leq \beta \leq 1$. Quando $\beta \rightarrow 1$, a distribuição trapezoidal aproxima-se da distribuição retangular, enquanto para $\beta = 0$ esta distribuição transforma-se numa distribuição triangular.

Assumindo uma distribuição trapezoidal para a grandeza de entrada X_i , o seu valor esperado é $x_i = \frac{a^- + a^+}{2}$ e a sua variância associada dada por:

$$u^2(x_i) = \frac{a^2(1 + \beta^2)}{6} \quad (3.41)$$

Substituindo $\beta = 0$ na equação anterior, a variância associada à distribuição triangular é dada por:

$$u^2(x_i) = \frac{a^2}{6} \quad (3.42)$$

Aplicando a raiz quadrada positiva à equação (3.42), obtém-se assim a incerteza-padrão da estimativa x_i :

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (3.43)$$

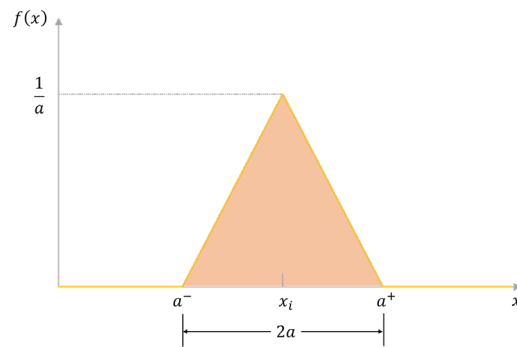


Figura 3.24: Função de densidade de probabilidade da distribuição triangular.

3.8.2.3. Incerteza-Padrão Combinada

A incerteza-padrão de y , sendo esta componente uma estimativa da mensuranda Y e por sua vez o resultado de uma medição, é determinada de forma apropriada combinando as incertezas-padrão de todas as estimativas de entrada x_i . Esta incerteza-padrão combinada da estimativa y é geralmente abreviada por $u_c(y)$ [28].

Quando se está perante uma estimativa da mensuranda, y , independente, através da relação funcional f , de N outras grandezas de entrada x_i , diz-se que estas grandezas de entrada não se encontram correlacionadas entre si. Portanto, a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ é dada pela raiz quadrada positiva da variância combinada $u_c^2(y)$, sendo esta última dada por [28,31]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (3.44)$$

onde f é a relação funcional expressa pela equação (3.28). Cada incerteza-padrão $u(x_i)$ é avaliada de acordo com as avaliações do Tipo A ou do Tipo B descritas anteriormente. A incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ trata-se da estimativa de um desvio-padrão que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser atribuídos à mensuranda Y [28].

As derivadas parciais $\frac{\partial f}{\partial x_i}$ são equivalentes a $\frac{\partial f}{\partial x_i}$. Estas derivadas são denominadas por coeficientes de sensibilidade e descrevem o quão a estimativa de saída y varia quando as estimativas de entrada x_i também variam. A variância combinada $u_c^2(y)$ pode, por sua vez, ser interpretada como uma soma de termos em que cada um representa a variância estimada associada à estimativa y , contemplando esta última as variâncias estimadas associadas a cada grandeza de entrada x_i . Os coeficientes de sensibilidade c_i são então dados por [28,31]:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (3.45)$$

Substituindo a equação (3.45) na equação (3.44), pode-se escrever a variância combinada da seguinte forma [28,31]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2 = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (3.46)$$

onde $u_i(y) = |c_i| u(x_i)$.

Quando existem duas ou mais grandezas de entrada X_i que se relacionam entre si, estas são ditas de interdependentes ou correlacionadas. Neste caso, as equações (3.44) e a sua derivada (3.46) não são válidas para o cálculo da incerteza-padrão combinada $u_c(y)$, pelo que terá que se recorrer à Lei da Propagação da Incerteza expressa pela equação (3.47) [28,31].

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (3.47)$$

Na equação anterior, x_i e x_j são as estimativas das grandezas de entrada X_i e X_j , respetivamente, e $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ é a covariância estimada associada às estimativas x_i e x_j . A covariância estimada é definida pela seguinte equação [28,31]:

$$u(x_i, x_j) = \text{cov}(x_i, x_j) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (X_{ik} - \bar{X}_i)(X_{jk} - \bar{X}_j) \quad (3.48)$$

em que n denota o número de medições efetuadas, X_{ik} e X_{jk} as observações individuais de cada medição das grandezas de entrada correlacionadas e \bar{X}_i e \bar{X}_j as médias aritméticas destas mesmas grandezas.

O grau de correlação entre x_i e x_j é caracterizado pelo coeficiente de correlação $r(x_i, x_j)$, estimado através da equação (3.49) [28,31]:

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)} = \frac{\text{cov}(x_i, x_j)}{s(x_i)s(x_j)} \quad (3.49)$$

onde $u(x_i)$ e $u(x_j)$ são as incertezas-padrão correspondentes às estimativas de entrada x_i e x_j , respetivamente, e $s(x_i)$ e $s(x_j)$ o desvio-padrão experimental destas mesmas. Consta-se também que $r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i)$ e que $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq 1$. Se as estimativas x_i e x_j forem independentes uma da outra, então $r(x_i, x_j) = 0$.

Por fim, substituindo os resultados das equações (3.45) e (3.49) na equação (3.47), o quadrado da incerteza-padrão combinada da mensuranda y escreve-se da seguinte forma simplificada [28]:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (3.50)$$

A covariância $u(x_i, x_j)$ associada às estimativas de duas grandezas de entrada X_i e X_j pode ser considerada nula ou desprezável se [29]:

- As grandezas de entrada X_i e X_j forem independentes uma da outra;
- Tanto as grandezas de entrada X_i como X_j podem ser consideradas constantes;
- A informação disponível for insuficiente para avaliar a existência de correlação entre as grandezas de entrada X_i e X_j .

Por vezes, as correlações podem ser eliminadas através de uma escolha adequada da relação funcional f [29].

3.8.2.4. Incerteza de Medição Expandida

Apesar da incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ ser universalmente usada para expressar a incerteza de um resultado de medição, em algumas aplicações é necessário dispor de uma medida de incerteza que englobe uma fração apreciável dos valores que são atribuíveis à mensuranda Y . À luz da *European Accreditation* (EA), foi estipulado que os laboratórios dos INM acreditados pelos organismos de acreditação da EA devem expressar uma incerteza de medição expandida U , obtida mediante a multiplicação de $u_c(y)$ da estimativa da grandeza de saída por um fator de expansão k , tal como é demonstrado pela equação (3.51) [28,29,31].

$$U = k u_c(y) \quad (3.51)$$

O resultado de uma medição é posteriormente expresso como $Y = y \pm U$ em que a melhor estimativa do valor atribuível à mensuranda Y é y , sendo expectável que o intervalo $[y - U, y + U]$ abranja uma grande fração de valores possíveis de serem atribuídos à mensuranda [28,31].

Para se obter o valor do fator de expansão k que origina um intervalo que corresponde a um determinado nível de confiança p , é necessário conhecer-se à partida a distribuição de probabilidade caracterizada pelo resultado de medição y e a sua respetiva incerteza-padrão combinada $u_c(y)$. Nos casos em que uma distribuição normal (gaussiana) possa ser atribuída à mensuranda e a incerteza-padrão combinada associada à estimativa da grandeza de saída tenha fiabilidade suficiente, deve ser usado o fator de expansão $k = 2$. A incerteza expandida atribuída à mensuranda corresponde então a um nível de confiança de aproximadamente 95 % [28,29]. Apresentam-se na **Tabela 3.3** alguns valores do fator de expansão k que produzem um intervalo de Y com um determinado nível de confiança p , assumindo uma distribuição normal.

Tabela 3.3: Valores do fator de expansão k que produzem um intervalo com um determinado nível de confiança p assumindo uma distribuição normal [28].

Level of confidence p (percent)	Coverage factor k_p
68,27	1
90	1,645
95	1,960
95,45	2
99	2,576
99,73	3

A hipótese de uma distribuição normal nem sempre pode ser facilmente confirmada experimentalmente. Contudo, nos casos em que várias componentes da incerteza (isto é, para $N \geq 3$), provenientes de distribuições de probabilidade bem conhecidas de grandezas independentes (como por exemplo, distribuições normais ou distribuições retangulares), contribuam para a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ em amplitudes comparáveis, as condições do Teorema do Limite Central (TLC) estão reunidas e pode ser assumido, com um elevado grau de aproximação, que a distribuição da grandeza de saída é normal [28,29].

A fiabilidade da incerteza-padrão atribuída à estimativa da grandeza de saída é determinada pelo seu número de graus de liberdade efetivos v_{eff} , que é aproximadamente representado pela apropriada combinação dos números de graus de liberdade efetivos das suas diferentes contribuições para a incerteza, $u_i(y)$. Contudo, os critérios de fiabilidade são sempre atingidos nos casos em que nenhuma das contribuições para a incerteza é obtida por avaliação do Tipo A baseada em menos de dez observações repetidas [28,29].

Estando verificadas as condições de aplicabilidade do TLC, é possível determinar o número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ recorrendo à fórmula de Welch-Satterthwaite [28,29]:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (3.52)$$

onde $u_i(y)$ ($i = 1, 2, \dots, N$) são as contribuições para a incerteza-padrão combinada, resultantes das incertezas-padrão associadas às estimativas das grandezas de entrada x_i , assumidas serem estatística e mutuamente independentes, e v_i é o número de graus de liberdade efetivos da componente de incerteza-padrão $u_i(y)$.

Para uma determinada incerteza-padrão $u(x_i)$ obtida através de uma avaliação do Tipo A, o número de graus de liberdade efetivos é dado por [28,29]:

$$v_i = n - 1 \quad (3.53)$$

em que n é o número de medições efetuadas à estimativa da grandeza de entrada x_i . É mais problemático associar graus de liberdade com uma incerteza-padrão $u(x_i)$ obtida por meio de uma avaliação do Tipo B. Contudo, é prática corrente efetuar tais avaliações de forma a garantir que não foi cometida qualquer subestimação de x_i .

Se, por exemplo, são definidos limites inferior e superior, a^- e a^+ , estes são habitualmente escolhidos para que a probabilidade de a grandeza em questão estar fora destes limites seja de facto extremamente pequena. Nesta hipótese, o número de graus de liberdade da incerteza-padrão $u(x_i)$ obtida por uma avaliação do Tipo B pode ser considerado como $v_i = \infty$ [28,29].

A incerteza-padrão combinada não resulta sempre de um agregado de incertezas-padrão $u(x_i)$ obtidas por via do mesmo tipo de avaliação. Na maioria dos casos, é comum observar-se uma combinação de incertezas-padrão dos tipos A e B, resultando numa incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ com uma distribuição t de Student. Considerando um nível de confiança de 95,45 %, é possível escolher-se o fator de expansão k em função do número de graus de liberdade v_{eff} calculado com base na **Tabela 3.4**. Se v_{eff} não for um número inteiro, o que é normalmente o caso, deve-se truncar este número para o inteiro imediatamente inferior [28,29].

Tabela 3.4: Fatores de expansão k para diferentes números de graus de liberdade efetivos v_{eff} , considerando um nível de confiança de 95,45 % [29].

v_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,32	2,28

v_{eff}	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
k	2,25	2,23	2,21	2,20	2,18	2,17	2,16	2,15	2,14	2,13

v_{eff}	25	30	35	40	45	50	∞
k	2,11	2,09	2,07	2,06	2,06	2,05	2,00

Ao considerar-se uma componente de incerteza associada à utilização de padrões ou de instrumentos de medição calibrados, sempre que o respetivo certificado de calibração não indique o número de graus de liberdade efetivos da calibração, mas somente o fator de expansão $k = 2$, deverá assumir-se um número de graus de liberdade efetivos igual a 50 [29].

3.8.3. Diagramas de Ishikawa

No decorrer do processo de identificação das componentes de incerteza, é habitualmente necessário desenvolver uma lista que contemple todas as fontes de incerteza relativas a um método analítico de cálculo de uma determinada mensuranda. Na maioria dos casos, é útil estruturar este processo de maneira a garantir uma contabilização total de todas as fontes de incerteza e para evitar a contagem excessiva destas [27].

Na prática, a análise estruturada das componentes de incerteza de uma mensuranda requer a construção de um Diagrama de Causa e Efeito, também denominado por Diagrama de Ishikawa. Os parâmetros de entrada X_i da equação para o cálculo da mensuranda Y constituem os ramos principais do diagrama. Todos os níveis do método analítico deverão ser considerados, pelo que os ramos principais do diagrama deverão ser desdobrados até que restem apenas grandezas básicas e constantes [27].

Apresentam-se nas figuras que se seguem os Diagramas de Ishikawa que identificam as fontes de incerteza no cálculo da massa volúmica de líquidos através do método de pesagem hidrostática. Os diagramas foram construídos com base nas expressões e equações definidas nos subcapítulos anteriores.

Para distinguir as diferentes grandezas de entrada recorreu-se a uma identificação distinta de variáveis face àquela utilizada nas equações anteriores. Em particular, p_{atm} , T_{ar} e HR denotam as condições de pressão, temperatura e humidade relativa do ambiente de pesagem, respetivamente, T_L a temperatura do líquido de teste às condições de ensaio, p_{Total} a pressão total no centro de massa da esfera de silício, ρ_L (DTV) a massa volúmica do líquido determinada através do método do densímetro de tubo vibrante e h a altura de coluna de líquido acima do centro de massa da esfera. A identificação das restantes grandezas permanece inalterada.

De salientar que a contribuição da altura de coluna de líquido h para a incerteza-padrão combinada da pressão total no centro de massa da esfera $u_c(p_{Total})$ é aproximadamente zero, pelo que a incerteza-padrão $u(h)$ poderá ser desprezada, não sendo necessário analisar as suas fontes de incerteza de natureza instrumental e experimental. Deste modo, não se incluiu o Diagrama de Ishikawa para a mensuranda h .

Destaca-se também a vermelho as grandezas cujas incertezas-padrão $u(x_i)$ são retiradas diretamente de certificados de calibração ou de bibliografia auxiliar.

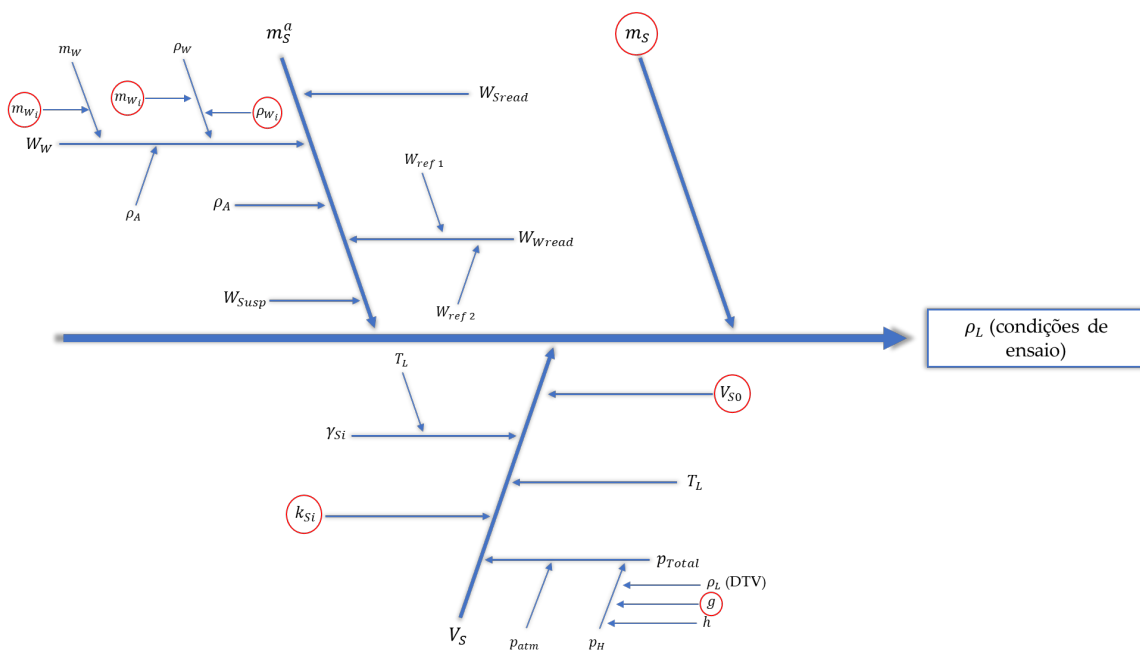


Figura 3.25: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas à massa volúmica do líquido de teste nas condições de ensaio.

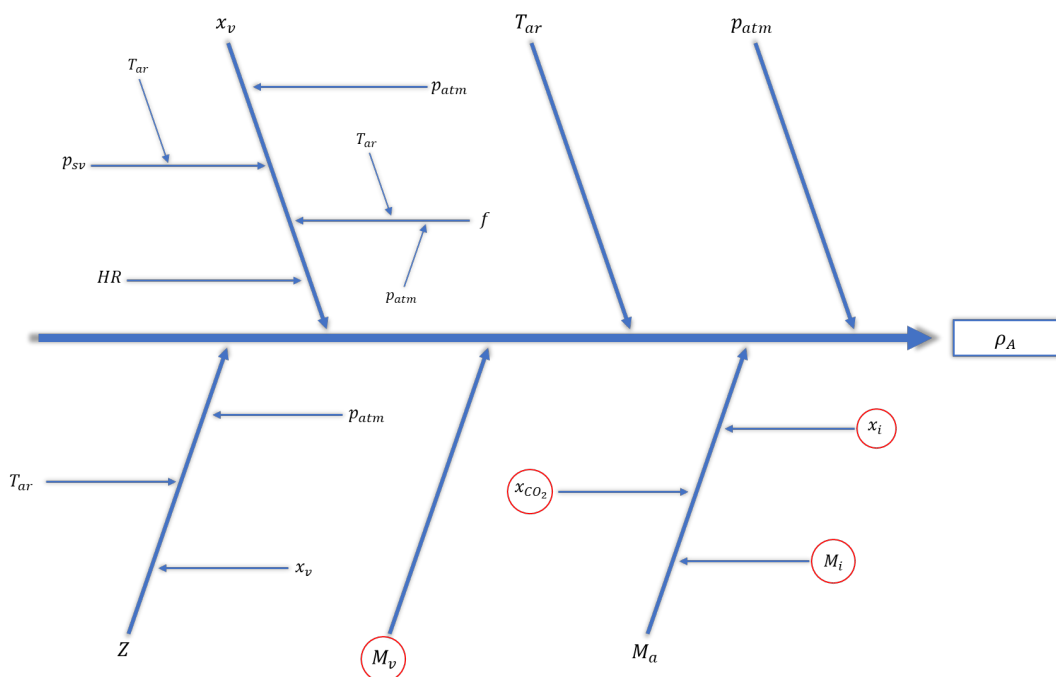


Figura 3.26: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas à massa volúmica do ar no ambiente de pesagem.

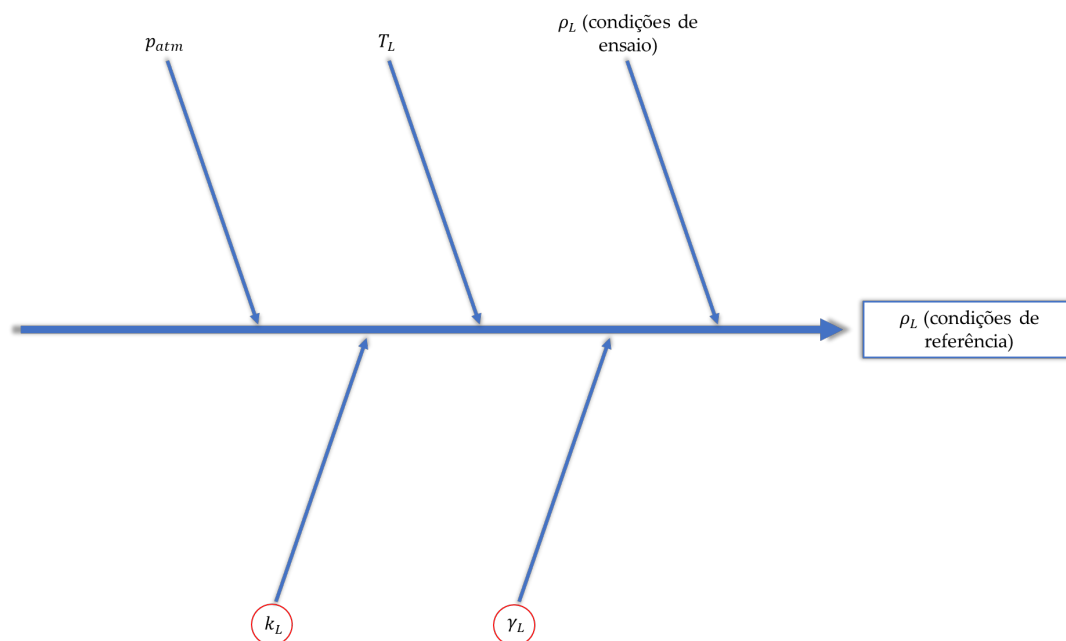


Figura 3.27: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas à massa volúmica do líquido de teste nas condições de referência.

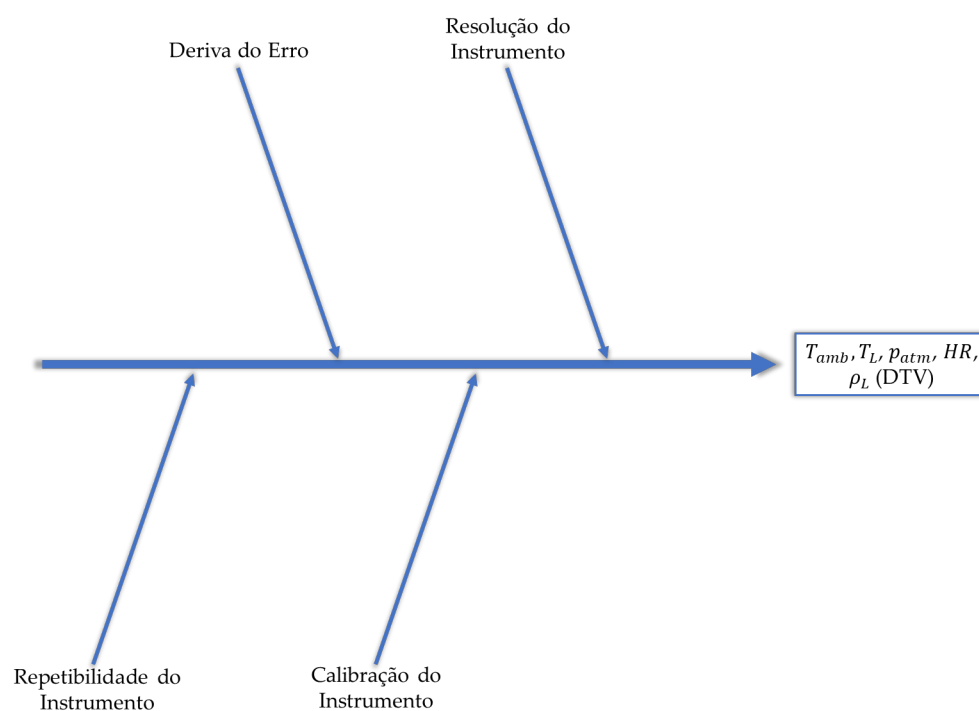


Figura 3.28: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas aos instrumentos responsáveis pela medição da temperatura ambiente, temperatura do líquido de teste, pressão atmosférica, humidade relativa e massa volúmica de líquidos.

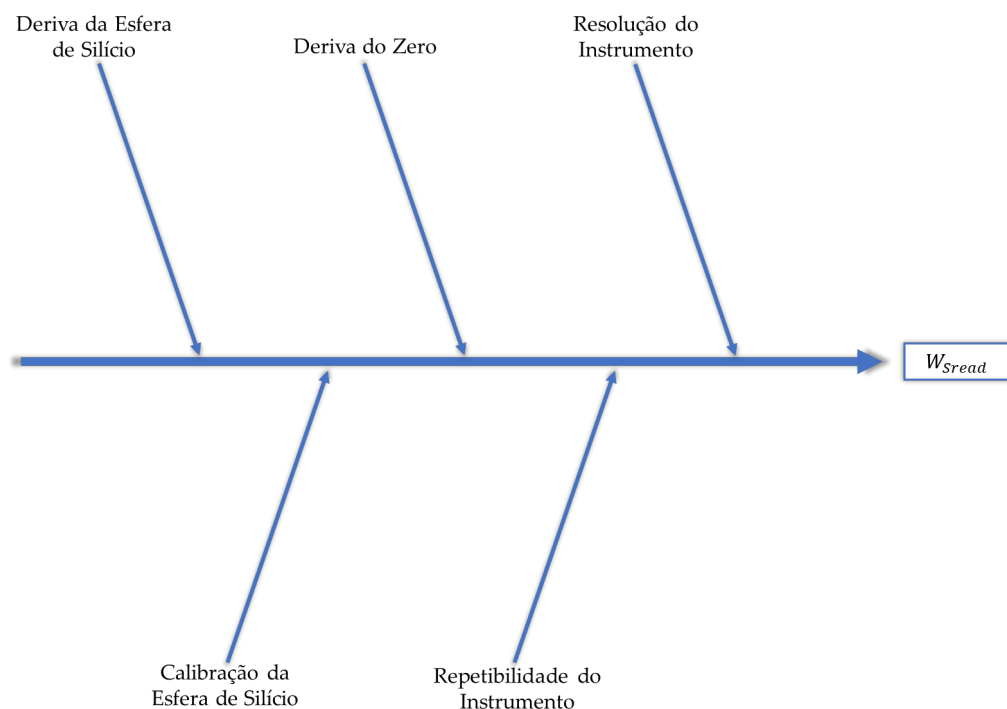


Figura 3.29: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas à balança na pesagem da suspensão + esfera de silício.

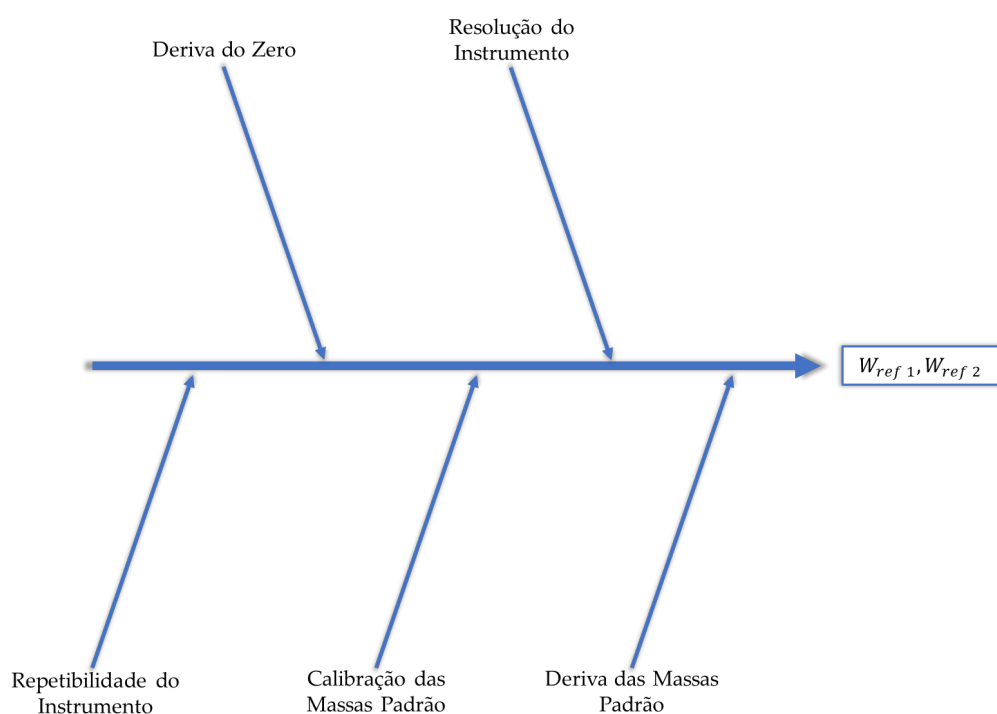


Figura 3.30: Diagrama de Ishikawa que permite identificar as componentes de incerteza associadas à balança na pesagem da suspensão + massas padrão de substituição.

Observe-se no diagrama da **Figura 3.25** a componente de incerteza W_{Susp} . Embora não estando presente no modelo matemático do método, esta componente, associada ao valor médio de massa da suspensão em vazio, representa a variação de massa Δm num ciclo de pesagem proveniente da fraca reprodutibilidade do menisco, não devendo, portanto, ser desprezada. O valor desta componente de incerteza é calculado de acordo com o desvio-padrão experimental da média, $s(\bar{X}_l)$, dado pela equação (3.34), considerando ainda as fontes de incerteza associadas à balança.

3.9. Procedimento da Pesagem Hidrostática

De modo a permitir uma melhor percepção do procedimento a seguir para a realização de um ensaio hidrostático a um determinado líquido, elaborou-se um fluxograma (**Figura 3.31**) que resume todos os seus passos, desde a preparação do sistema de pesagem hidrostática até ao cálculo da incerteza expandida associada à massa volumica do líquido em questão.

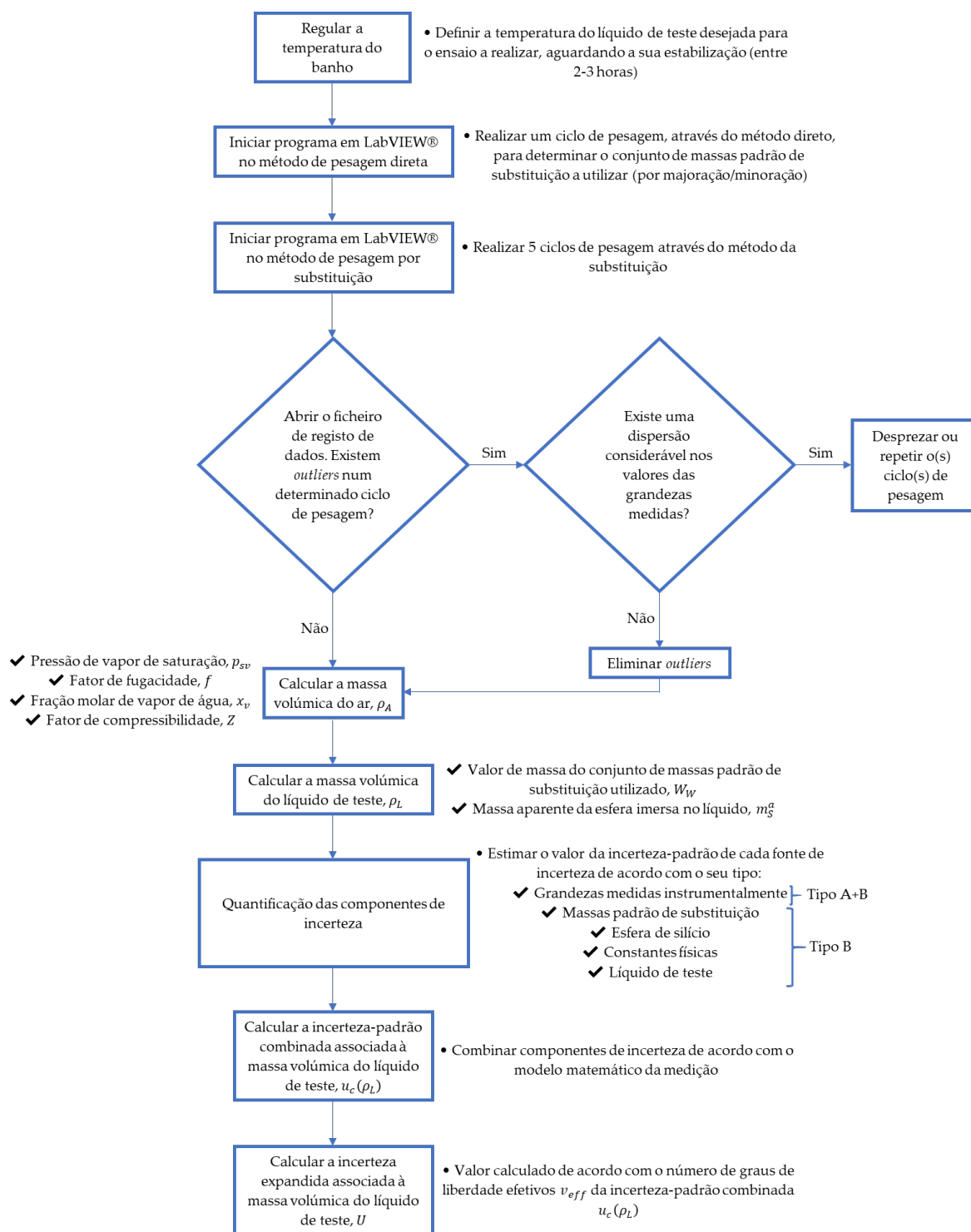


Figura 3.31: Fluxograma de resumo do procedimento de pesagem hidrostática do LPL.

4

Materiais e Métodos

O sistema de pesagem hidrostática do LPL enfrentava diversos desafios. Durante a realização de ensaios e aplicando, nomeadamente, o método da substituição, a colocação e retirada das massas padrão de substituição do prato da balança era feita de forma manual, consistindo num processo moroso que requeria uma intervenção constante por parte do operador em cada ciclo de pesagem podendo, eventualmente, conduzir à introdução de correntes térmicas no sistema e resultando numa baixa repetibilidade nas medições.

Outro aspeto menos positivo que se verificou foi a falta de meios que visam compensar o menisco formado pela penetração do fio da suspensão na superfície livre do líquido de teste. A fraca reprodutibilidade na massa de menisco formado origina valores inconstantes na pesagem da esfera e da suspensão, constituindo por sua vez uma fonte de incerteza significativa.

O presente capítulo encontra-se dividido em duas partes distintas. A primeira centra-se na otimização do sistema de pesagem hidrostática existente no LPL, enquanto a segunda é dedicada à realização de ensaios pré e pós-otimização com os diferentes líquidos de teste no âmbito do projeto 17RPT02 rhoLiq.

4.1. Otimização do Sistema de Pesagem Hidrostática

4.1.1. Mecanismo Automatizado de Movimentação das Massas Padrão

Com vista à otimização do processo de carregamento e descarregamento das massas padrão de substituição da balança, foi idealizado e projetado um mecanismo

que permite a execução desta tarefa de forma automatizada. Este mecanismo consiste essencialmente num sistema de garfo, atuado na direção vertical por uma mesa linear elétrica, que deposita e recolhe as massas padrão de substituição em forma de disco de um suporte ligado ao gancho existente na parte inferior da balança. O carregamento das massas padrão no garfo é feito de forma manual, sendo apenas necessária a intervenção do operador uma única vez durante o ensaio de um determinado líquido.

A primeira fase do projeto passou pela medição das dimensões gerais da estrutura de apoio da balança, do banho e do mecanismo de manipulação da esfera de silício, incidindo com especial atenção na zona compreendida entre a face superior do mecanismo de manipulação e a face inferior da pedra de granito onde a balança se encontra assente. Estes três elementos foram modelados com o auxílio do *software* de CAD 3D SolidWorks® para permitir uma melhor perceção do espaço disponível e impor as dimensões máximas que as peças projetadas poderiam tomar. Observe-se na **Figura 4.1** a modelação destes elementos devidamente identificados.

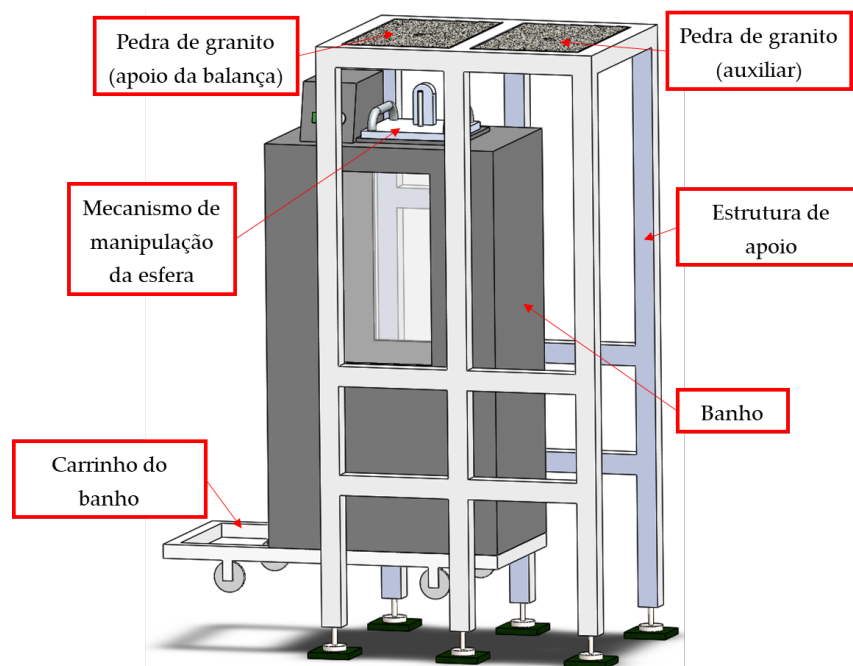


Figura 4.1: Modelação em SolidWorks® do sistema de pesagem hidrostática do LPL na fase de pré-otimização com a respetiva identificação de componentes.

As figuras que se seguem têm como intuito ilustrar o espaço útil existente na área onde o mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão se iria localizar.

A **Figura 4.2** ilustra a distância mínima de 135,06 mm entre o centro do furo existente na pedra de granito que serve de apoio à balança e o centro do tubo de vidro que é atravessado pelo fio da suspensão. Parte-se do pressuposto que estas superfícies

são concêntricas. Esta dimensão é crucial para delinear a altura máxima que o suporte das massas padrão de substituição pode admitir.

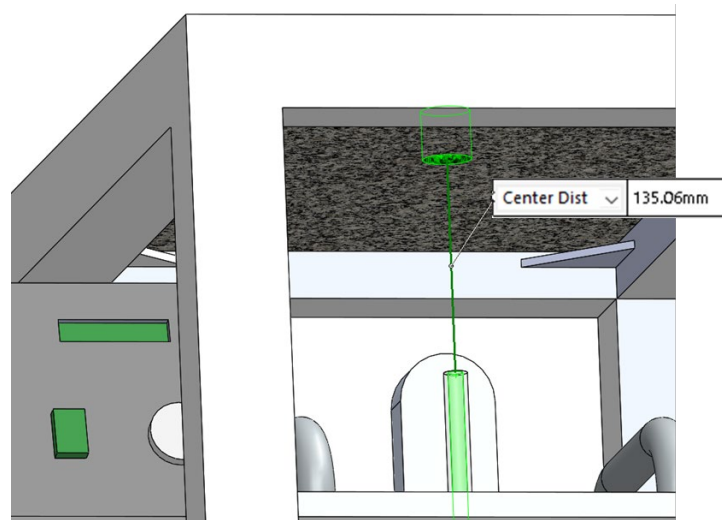


Figura 4.2: Distância mínima entre o centro do furo da pedra de granito de apoio à balança e o centro do tubo de vidro.

A **Figura 4.3** ilustra a distância mínima horizontal (dZ) de 351,65 mm entre o centro da face superior do tubo de vidro e a face anterior da estrutura de apoio da balança. Esta dimensão impõe o comprimento que o garfo deveria assumir de modo a ser ligado à mesa linear elétrica, estando a última situada numa superfície da estrutura de apoio da balança. Também nesta mesma figura é possível observar a distância mínima vertical (dY) de 106,76 mm entre o centro da face superior do tubo de vidro e a face inferior da estrutura de apoio da balança. Esta distância define o curso máximo em que o movimento vertical do garfo pode operar.

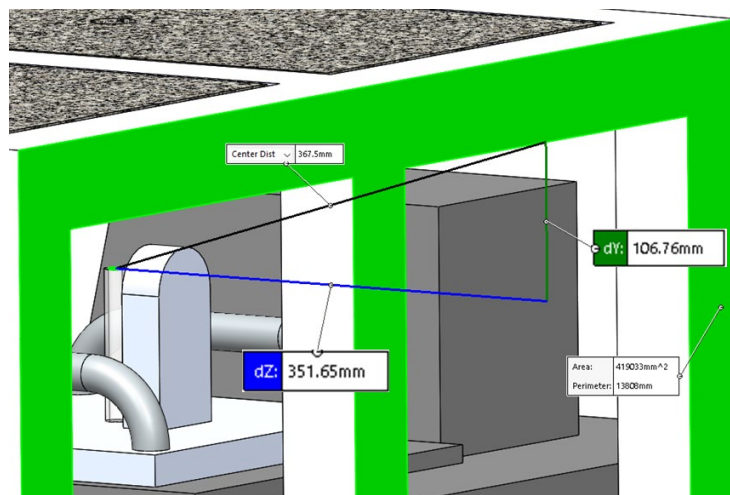


Figura 4.3: Distância mínima horizontal (dZ) entre o centro da face superior do tubo de vidro e a face anterior da estrutura de apoio da balança e distância mínima vertical (dY) entre o centro da face superior do tubo de vidro e a face inferior da estrutura de apoio da balança.

Após o estudo do espaço disponível na zona onde o mecanismo de movimentação das massas padrão de substituição se iria situar, começou-se então por especificar as dimensões gerais do garfo e do suporte das massas padrão. Para tal, foi necessário aferir relativamente às dimensões do conjunto de massas, nomeadamente o diâmetro e altura de cada disco. Recorrendo às especificações do fabricante, construiu-se a **Tabela 4.1** que contempla o diâmetro \varnothing e a altura h em função da massa nominal de cada disco do conjunto.

Tabela 4.1: Valores de diâmetro \varnothing e altura h em função da massa nominal de cada disco presente no conjunto de massas padrão de marca Häfner de classe OIML E2.

Massa Nominal [g]	\varnothing [mm]	h [mm]
1	8	3,2
2	8	5,7
5	10	8,5
10	22	4,5
20	22	7,8
50	22	17,9
100	48	8
200	48	15

As massas padrão são empilhadas no garfo e dispostas por ordem decrescente em diâmetro, isto é, a massa de maior diâmetro encontra-se em contacto direto com o garfo enquanto as demais são empilhadas no topo desta. Como tal, é lógico que um dos parâmetros cruciais a ter em conta no projeto do mecanismo em questão é a altura máxima de empilhamento dos discos que deverá ser inferior à distância entre a face superior do tubo de vidro e a face inferior da pedra em granito, permitindo ainda uma margem adicional para o curso vertical do garfo.

Aferiu-se que a altura máxima de empilhamento corresponde a uma carga de 199 g, resultando na combinação de sete massas padrão:

$$199g = 100g + 50g + 20g + 20g + 5g + 2g + 2g,$$

que se traduz numa altura de empilhamento equivalente a 61,4 mm, concluindo assim pela distância medida na **Figura 4.2** que resulta numa margem de $135,06 - 61,4 = 73,66$ mm para o curso vertical do garfo.

As dimensões gerais do garfo e do suporte das massas padrão de substituição foram especificadas com base nas dimensões dos discos de maior diâmetro, isto é, que correspondem às massas de 100 e 200 g.

O material escolhido para as peças projetadas que integram os diferentes componentes do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão foi uma liga de aço inoxidável AISI 316. Na **Tabela 4.2** encontram-se listadas algumas propriedades físicas e mecânicas deste material, destacando-se com maior relevância para o estudo individual de cada peça a massa volúmica ρ , a tensão de cedência σ_c e o Módulo de Young E [33].

Tabela 4.2: Propriedades físicas e mecânicas da liga de aço inoxidável AISI 316, de acordo com a base de dados *online* MatWeb [33].

Physical Properties	Metric	English
Density	8.00 g/cc	0.289 lb/in ³
Mechanical Properties	Metric	English
Hardness, Rockwell B	79	79
Tensile Strength, Ultimate	580 MPa	84100 psi
Tensile Strength, Yield	290 MPa	42100 psi
Elongation at Break	50 %	50 %
Tensile Modulus	193 GPa	28000 ksi
Izod Impact	129 J	95.1 ft-lb
Charpy Impact	105 J	77.4 ft-lb

4.1.1.1. Suporte para as Massas Padrão de Substituição

O suporte das massas padrão de substituição encontra-se ligado ao gancho existente na parte inferior da balança, fazendo agora parte da suspensão. No decorrer do ensaio hidrostático, as massas padrão em forma de disco serão agora carregadas neste suporte ao invés de no prato da balança por meio do garfo. Este fator elimina os efeitos de excentricidade provenientes da colocação das massas no prato da balança bem como evita erros de medição oriundos de um possível desalinhamento entre o ponto de aplicação do gancho e do prato no extensômetro da balança.

Este elemento possui uma base onde as massas padrão de substituição são colocadas, consistindo numa chapa de geometria retangular de 5 mm de espessura. Nesta base existem quatro ranhuras de 8,5 mm de largura que permitem a passagem dos dentes do garfo no movimento de deposição e recolha dos discos. O apoio das massas padrão nesta peça é feito através de três dentes de 2,5 mm de largura. A base contempla ainda de duas cavidades de 1,25 mm de profundidade para acomodar as massas padrão de maior diâmetro ($\varnothing 48$ e $\varnothing 22$ mm), com uma folga de 1,5 mm na direção radial entre cada cavidade e disco. Observe-se na **Figura 4.4** uma ilustração da base do suporte das massas padrão modelada em SolidWorks® com a sua geometria devidamente legendada.

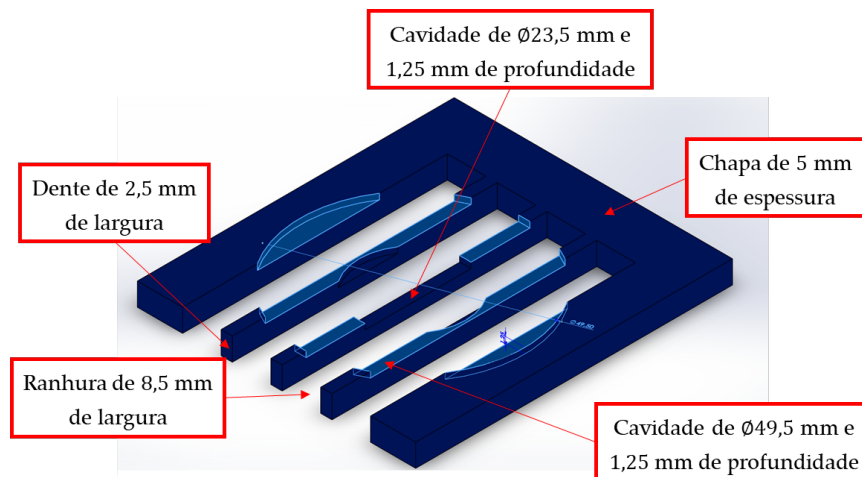


Figura 4.4: Modelação em SolidWorks® da base do suporte das massas padrão com a respetiva geometria legendada.

O suporte possui ainda uma estrutura soldada à base composta por um arame de secção transversal circular de diâmetro Ø2,5 mm, dispondo na parte superior de um gancho de ligação à balança e na parte inferior de uma argola para fixação do fio da suspensão. Como tal, este componente serve de intermediário entre a balança e o fio da suspensão. Apresenta-se na **Figura 4.5** o modelo CAD do suporte das massas padrão com os seus elementos devidamente identificados e na **Figura 4.6** este componente introduzido no sistema de pesagem hidrostática modelado em SolidWorks®.

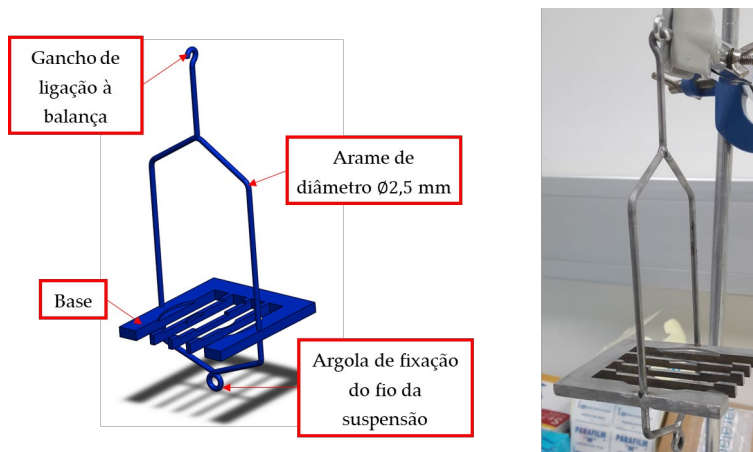


Figura 4.5: Modelo CAD legendado do suporte das massas padrão (à esquerda) e peça obtida após fabrico (à direita).

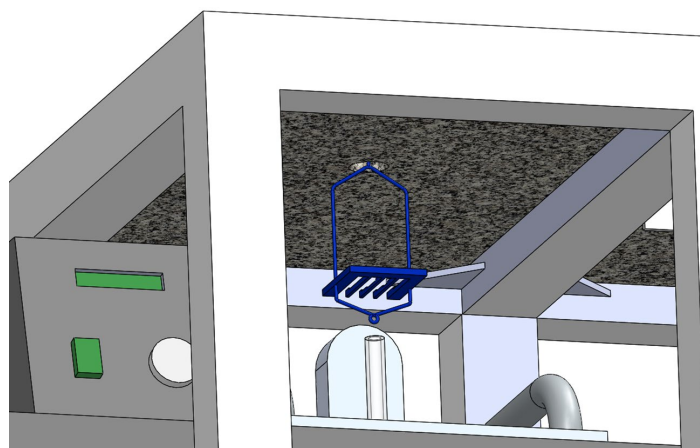


Figura 4.6: Modelação em SolidWorks® do suporte das massas padrão inserido no sistema de pesagem hidrostática.

Por último, resta apenas verificar se o material do componente projetado resiste às cargas aplicadas sem plastificar. Dada a precisão solicitada ao movimento do garfo para que os seus dentes atravessassem as ranhuras do suporte de modo a efetuar uma troca com sucesso das massas padrão entre os dois componentes, é fulcral que os deslocamentos provocados pelo peso dos discos quando apoiados nestes elementos não sejam excessivos, o que poderia possivelmente resultar num contacto entre o garfo e o suporte impedindo um correto funcionamento do mecanismo. Para efetuar a análise da distribuição de tensões e deformações no suporte das massas padrão, foi realizado um ensaio estático recorrendo à ferramenta SolidWorks Simulation® que se baseia no Método dos Elementos Finitos (MEF).

Como referido no **Capítulo 3**, o valor de massa das massas padrão de substituição a colocar no respetivo suporte deve ser aproximadamente equivalente à massa aparente da esfera de silício no líquido. Como tal, foi aplicada uma carga de 0,25 kgf na superfície da cavidade que alberga as massas de maior diâmetro. Este valor corresponde a uma majoração da massa da esfera quando pesada no ar (aproximadamente 234 g), garantido assim uma margem de segurança. A fixação da peça para a análise estática foi atribuída à superfície do gancho que se encontra em contacto com o gancho da balança. O estudo da peça em questão foi realizado contabilizando o efeito da aceleração gravítica ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$). Na **Figura 4.7** encontra-se representada a definição das condições de fronteira em SolidWorks® bem como a malha de elementos finitos para a realização da análise estática ao suporte das massas padrão.

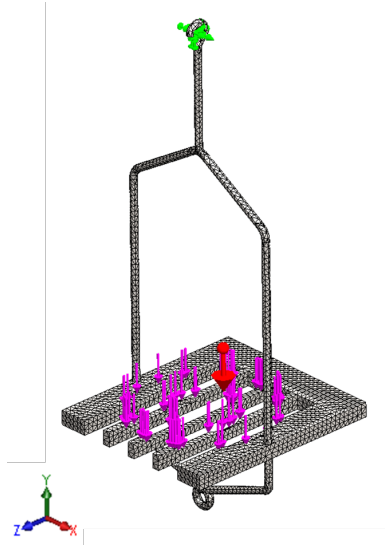


Figura 4.7: Definição da malha de elementos finitos e condições de fronteira para a análise estática ao suporte das massas padrão recorrendo à ferramenta SolidWorks® Simulation. A verde – elementos com deslocamento nulo; a roxo – elementos carregados; a vermelho – vetor aceleração gravítica.

Após a definição da malha de elementos finitos, simulou-se a aplicação dos esforços. No que toca à distribuição de tensões, é possível observar pela **Figura 4.8** que a tensão máxima de von Mises é de aproximadamente $\sigma_v = 20$ MPa e ocorre na interface do gancho com o arame superior. Para o material não plastificar, deve-se verificar a condição dada pela equação (4.1), em que σ_{adm} é a tensão máxima admissível de solicitação do material contemplando um fator de segurança FS .

$$\sigma_v \leq \sigma_{adm} = \frac{\sigma_c}{FS} \quad (4.1)$$

Para a análise em causa, optou por se considerar um fator de segurança $FS = 1,5$, sendo este um valor comum definido pelo critério de dimensionamento à resistência para corpos de pequenas dimensões. Resultou-se assim numa tensão máxima admissível de aproximadamente $\sigma_{adm} = \frac{290}{1,5} = 193,33$ MPa. Como a tensão máxima de von Mises a que o suporte das massas padrão se encontra sujeito é muito inferior à tensão admissível do aço AISI 316, verifica-se assim que esta peça opera sempre no domínio elástico.

Em relação aos deslocamentos, verifica-se pela **Figura 4.8** que o deslocamento máximo é de aproximadamente 0,24 mm e ocorre na argola de ligação ao fio da suspensão. Sendo este de baixo valor, o suporte poderá admitir as dimensões e geometria previamente especificadas sem comprometer o correto funcionamento do mecanismo.

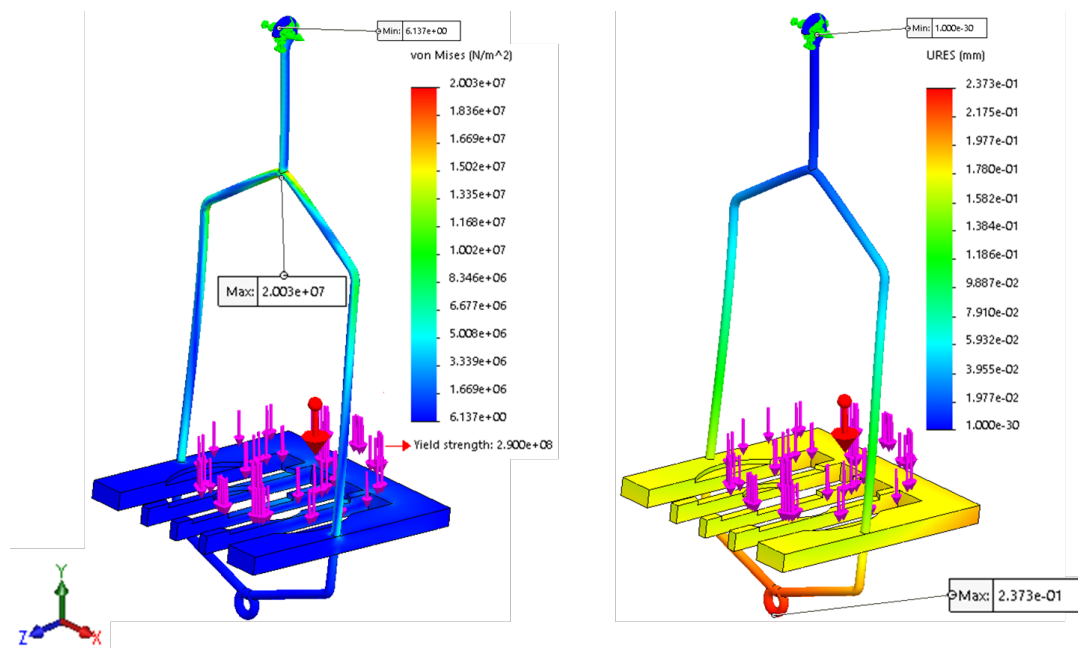


Figura 4.8: Análise da distribuição de tensões (à esquerda) e de deformações (à direita) no suporte das massas padrão (o sólido deformado não se encontra à escala real).

4.1.1.2. Garfo de Movimentação das Massas Padrão de Substituição

O garfo de movimentação das massas padrão de substituição é o componente do mecanismo responsável por efetuar o depósito e a recolha dos discos do seu respetivo suporte. O seu movimento é puramente vertical, sendo este comandado por uma mesa linear elétrica uniaxial.

Este componente consiste, sobretudo, num braço fabricado a partir de uma chapa retangular de 5 mm de espessura e com aproximadamente 374,65 mm de comprimento. A extremidade do braço que atua nas massas padrão possui quatro dentes com 5,5 mm de largura cada, garantindo, desta forma, uma folga total na direção horizontal de 3 mm entre estes e as ranhuras existentes no suporte das massas padrão. Entre os dentes do suporte e as ranhuras do garfo existe também uma folga total de 3 mm. Esta folga considerável tem como objetivo compensar um possível desalinhamento entre o garfo e o suporte fruto da movimentação do mecanismo. É também verificada uma folga na direção vertical de 1,5 mm entre os dentes do garfo e a superfície de união dos dentes do suporte. O braço do garfo está também munido de duas cavidades de dimensões idênticas àquelas projetadas para o suporte das massas padrão.

Nas **Figura 4.9** encontra-se ilustrado o modelo CAD do braço do garfo devidamente legendado e na **Figura 4.10** as folgas que permitem o correto movimento do garfo, evitando que este colida com o suporte das massas padrão.

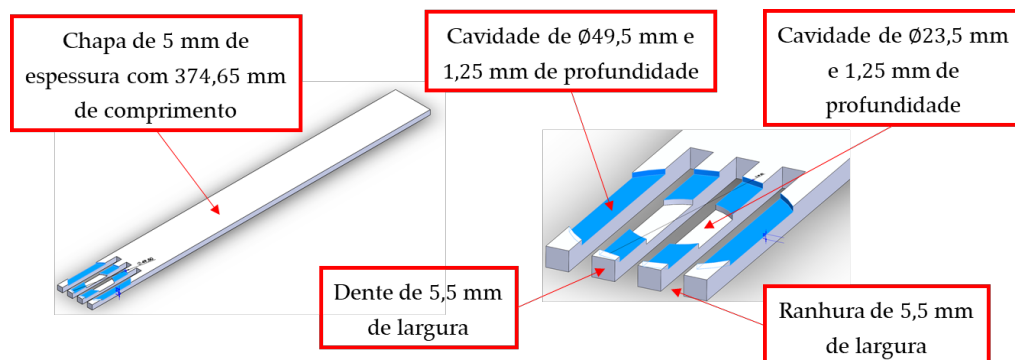


Figura 4.9: Modelos CAD da vista isométrica do braço do garfo (à esquerda) e da vista em pormenor da sua extremidade (à direita), ambos devidamente legendados.

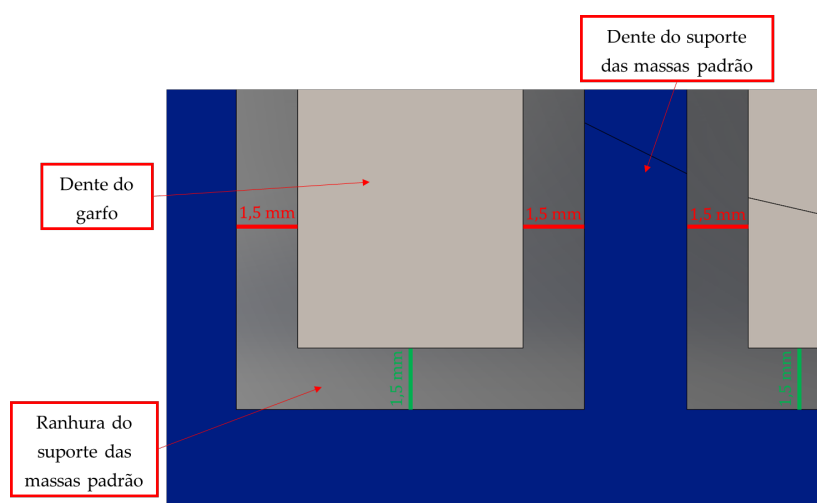


Figura 4.10: Folgas na direção horizontal (a vermelho) e na direção vertical (a verde) que permitem o correto funcionamento do mecanismo.

A ligação do garfo à carruagem da mesa linear é realizada através de uma chapa retangular de dimensões 60×54 e de 5 mm de espessura que se encontra soldada ao braço. Nesta chapa de fixação existem ainda quatro furos passantes de diâmetro Ø4,5 mm, semelhantes e concêntricos aos furos roscados existentes na carruagem da mesa linear, que permitem a ligação entre estes dois componentes através de parafusos. Recorrendo à **Tabela 4.3**, é possível constatar que um furo de passagem de diâmetro Ø4,5 mm é compatível com um parafuso de diâmetro nominal Ø4 mm. Optou-se, portanto, por parafusos de rosca métrica M4 de passo grosso para se proceder à respetiva ligação.

Tabela 4.3: Diâmetro dos furos de passagem de parafusos em função do diâmetro nominal, com destaque a vermelho do diâmetro nominal Ø4 mm (adaptado de [34]).

Dimensões em mm

Diâmetro nominal d	Diâmetro do furo de passagem d_n^2		
	Série fina H 12	Série média H 13	Série grosseira H 14
1	1,1	1,2	1,3
1,2	1,3	1,4	1,5
1,4	1,5	1,6	1,8
1,6	1,7	1,8	2
1,8	2	2,1	2,2
2	2,2	2,4	2,6
2,5	2,7	2,9	3,1
3	3,2	3,4	3,6
3,5	3,7	3,9	4,2
4	4,3	4,5	4,8
4,5	4,8	5	5,3
5	5,3	5,5	5,8
6	6,4	6,6	7
7	7,4	7,6	8
8	8,4	9	10

Por forma a reduzir a flecha na extremidade do garfo devido ao peso das massas padrão, optou-se por soldar ao braço do garfo e à chapa de fixação uma nervura de 180 mm de comprimento e 2,5 mm de espessura, localizada na superfície inferior do braço.

Observe-se na **Figura 4.11** o garfo de movimentação das massas padrão modelado em SolidWorks® com os seus respetivos elementos legendados como também a peça final obtida após fabrico. Na **Figura 4.12** encontra-se representado o modelo CAD deste componente inserido no sistema de pesagem hidrostática.

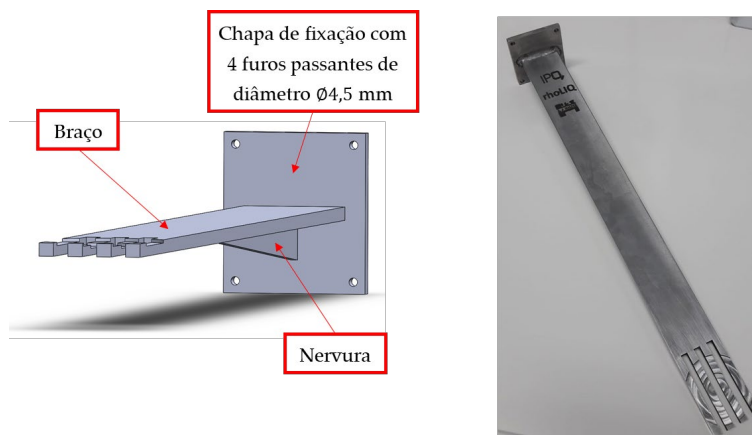


Figura 4.11: Garfo de movimentação das massas padrão de substituição modelado em SolidWorks® com os respetivos elementos legendados (à esquerda) e peça final após fabrico (à direita).

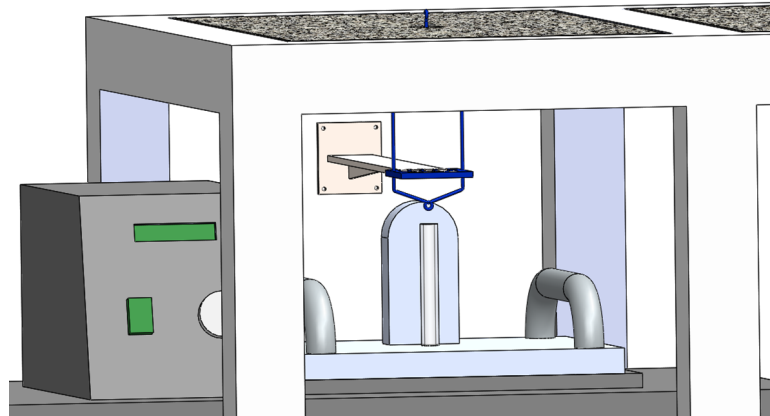


Figura 4.12: Modelo CAD do garfo de movimentação das massas padrão de substituição inserido no sistema de pesagem hidrostática.

A simulação pelo MEF da análise estática de tensões e deformações foi semelhante à realizada ao suporte das massas padrão de substituição. Aplicou-se mais uma vez uma carga de 0,25 kgf na superfície da cavidade que acomoda os discos de maior diâmetro e fixou-se a peça pela face da chapa que se encontra em contacto direto com a carruagem da mesa linear, considerando igualmente a aceleração gravítica. Na **Figura 4.13** é possível constatar-se a configuração escolhida em SolidWorks® para a análise estática do garfo.

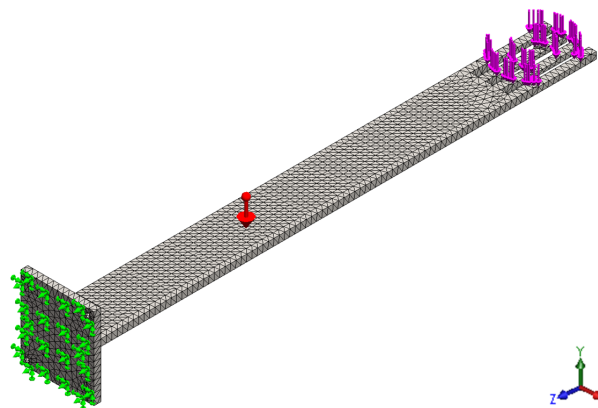


Figura 4.13: Configuração para a análise estática do garfo recorrendo à ferramenta SolidWorks® Simulation. A verde – elementos com deslocamento nulo; a roxo – elementos carregados; a vermelho – vetor aceleração gravítica.

Terminada a simulação numérica, procedeu-se de seguida à análise de tensões da peça em estudo. Pela **Figura 4.14** é possível averiguar que a tensão máxima de von Mises é aproximadamente equivalente a 9,4 MPa e está localizada na nervura, confirmando assim o seu importante papel na redução de tensões no braço do garfo. Recorrendo ao critério de cedência definido pela equação (4.1), conclui-se assim que o garfo de movimentação das massas padrão se encontra bastante distante de entrar em cedência ($\sigma_v = 9,4 \text{ MPa} \ll \sigma_{adm} = 193,33 \text{ MPa}$).

No que diz respeito à análise de deslocamentos, é possível constatar também pela **Figura 4.14** que o deslocamento é máximo na extremidade dos dentes do garfo com um valor de aproximadamente 0,34 mm, não sendo este excessivo. Logo, pode-se concluir que as dimensões especificadas para os elementos que constituem o garfo de movimentação das massas padrão estão conformes.

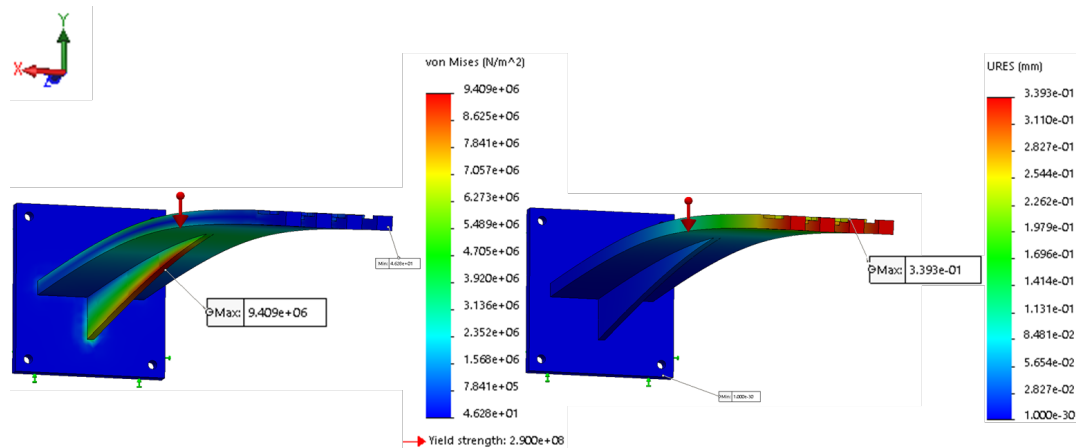


Figura 4.14: Análise da distribuição de tensões (à esquerda) e deformações (à direita) no garfo de movimentação das massas padrão de substituição (o sólido deformado não se encontra à escala real).

Para determinar a escolha da mesa linear elétrica, é fulcral que sejam conhecidos os carregamentos a que esta estará submetida. De uma forma simplificada, pode-se admitir que estes carregamentos correspondem às reações no apoio do garfo, estando estas concentradas na face da chapa que se encontra em contacto com a carruagem da mesa linear. Recorrendo à ferramenta de simulação do SolidWorks®, seleccionou-se um dos vértices nesta face e verificou-se que a força de reação vertical F_Y é igual a 9,03 N, contabilizando também um momento resultante $M_{Res} = 1,81 \text{ N.m}$ (**Figura 4.15**).

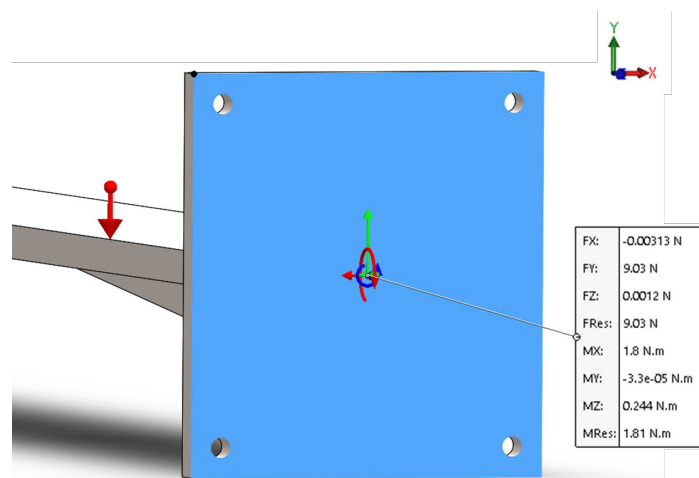


Figura 4.15: Forças e momentos de reação no apoio do garfo de movimentação das massas padrão de substituição.

4.1.1.3. Mesa Linear Elétrica

Com base nas reações no apoio do garfo de movimentação das massas padrão, optou-se por uma mesa linear elétrica da Igus (tamanho 0630) acionada por um fuso acoplado a um motor de passo NEMA17 Litze. As características gerais desta mesa linear encontram-se listadas na **Tabela 4.4**.

Tabela 4.4: Características gerais da mesa linear elétrica da Igus acionada por fuso (tamanho 0630) [35].

Comprimento da carruagem [mm]	60
Comprimento do curso [mm]	250
Tipo de motor	NEMA17 Litze
Carga estática máxima axial [N]	100
Carga estática máxima radial [N]	400
Precisão [mm]	0,1
Velocidade máxima [m/min]	0,3

Para que o garfo se movimente na direção vertical, é lógico que a mesa linear terá também que se encontrar disposta nesta mesma posição. Deste modo, os esforços transmitidos pelo garfo irão solicitar axialmente a mesa linear. Ora como a reação vertical no apoio do garfo $F_Y = 9,03$ N é muito inferior à carga estática máxima axial suportada pela mesa linear (100 N), esta não terá quaisquer problemas em conduzir o garfo quando carregado com as massas padrão de substituição.

Na **Figura 4.16** encontra-se ilustrado o modelo CAD da mesa linear elétrica escolhida lado-a-lado com o modelo real e na **Figura 4.17** o modelo CAD da mesa linear introduzida no sistema de pesagem hidrostática do LPL. De notar que devido a limitações do modelo CAD da mesa linear disponibilizado pela Igus, esta apenas se encontra corretamente posicionada no sistema de pesagem hidrostática, não dispondo do correto alinhamento entre a carruagem e a chapa de fixação do garfo.



Figura 4.16: À esquerda – modelo CAD da mesa linear elétrica acionada por fuso da Igus, tamanho 0630 (cortesia da Igus [35]); à direita – modelo real da mesa linear elétrica.

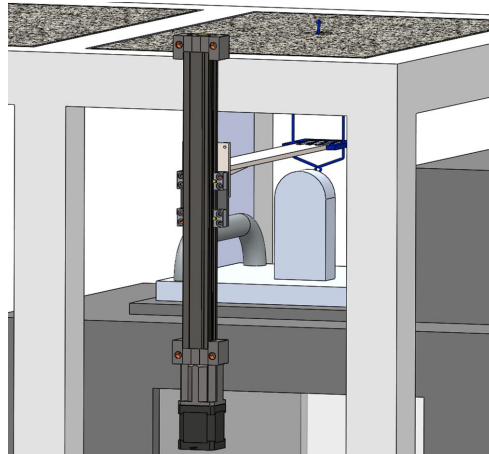


Figura 4.17: Modelo CAD da mesa linear elétrica da Igus introduzida no sistema de pesagem hidrostática do LPL. A chapa de fixação do garfo de movimentação das massas padrão não se encontra devidamente alinhada com a carruagem da mesa linear.

O motor de passo NEMA17 Litze da mesa linear é controlado através da placa de controlo para motores de passo TB6600, estando esta por sua vez ligada a uma placa Arduino UNO R3. A escolha da plataforma Arduino para efetuar a programação do motor de passo deve-se ao facto de esta ser do tipo *open source* possuindo, por sua vez, uma vasta integração nas mais diversas linguagens de programação, nomeadamente em LabVIEW®.

Apresentam-se nas tabelas 4.5 e 4.6 algumas especificações técnicas da placa de controlo TB6600 e da placa Arduino UNO R3, respetivamente.

Tabela 4.5: Especificações técnicas da placa de controle para motores de passo TB6600 [36].

Tensão de alimentação [V]	9 – 42 DC
Tensão de entrada [V]	12 – 48 DC
Corrente máxima [A]	4
Frequência [kHz]	20

Tabela 4.6: Especificações técnicas da placa Arduino UNO R3 [37].

Microcontrolador	ATmega328P
Tensão operacional [V]	5
Tensão de entrada [V]	7 – 12
Portas digitais	14
Portas analógicas	6

O motor de passo da mesa linear é alimentado através de uma fonte de alimentação de 24V de corrente contínua, estando esta ilustrada na **Figura 4.18** em conjunto com as placas TB6600 e Arduino UNO R3.



Figura 4.18: À esquerda – placa de controle para motores de passo TB6600; ao centro – placa Arduino UNO R3; à direita – fonte de alimentação de 24V DC.

4.1.1.4. Barras de Fixação da Mesa Linear Elétrica

A mesa linear elétrica é fixa à estrutura de apoio da balança através de duas barras de geometria distinta – uma para a extremidade superior da mesa linear e outra para a inferior – fabricadas a partir de chapas quinadas de 5 mm de espessura.

A barra de fixação superior foi projetada consoante o posicionamento da extremidade superior da mesa linear em relação à superfície de apoio da balança, sendo possível constatar pela **Figura 4.19** que estes dois últimos elementos se encontram à face um com o outro.

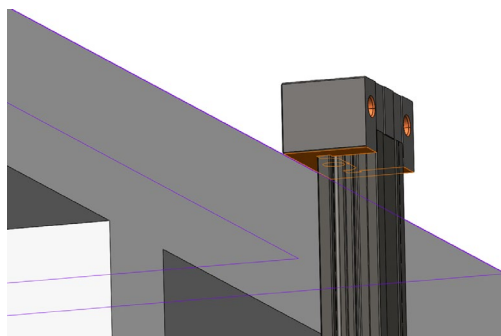


Figura 4.19: Posição da extremidade superior da mesa linear elétrica em relação à superfície de apoio da balança.

A barra de fixação superior adota um perfil em “U” e dispõe de dois furos passantes de diâmetro $\varnothing 6,6$ mm, concêntricos com os dois furos de diâmetro $\varnothing 6,8$ mm que se encontram em cada uma das extremidades da mesa linear para a sua fixação. A ligação da barra à estrutura de apoio da balança é efetuada por meio de duas chapas de 5 mm de espessura, soldadas em cada um dos lados a esta, que possuem dois furos passantes de diâmetro $\varnothing 6,6$ mm. Observe-se na **Figura 4.20** a barra de fixação superior da mesa linear com os seus elementos devidamente identificados.

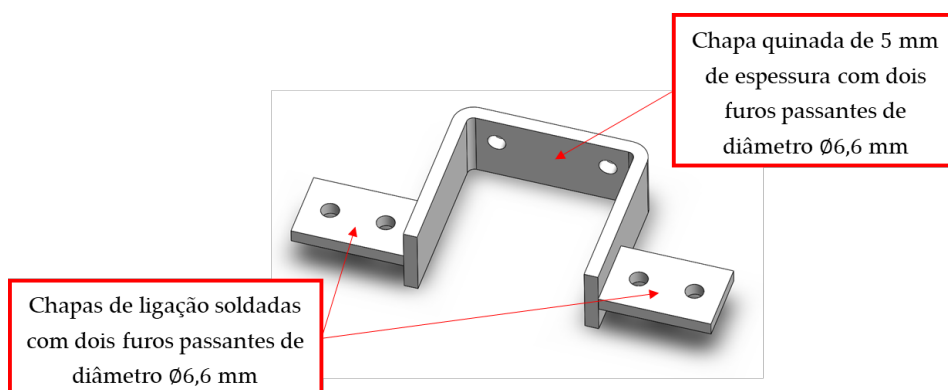


Figura 4.20: Barra de fixação superior da mesa linear elétrica com identificação dos seus respectivos elementos.

Já as dimensões da barra de fixação inferior foram especificadas em função do espaçamento entre pilares da estrutura de apoio da balança e da distância a que a extremidade inferior da mesa linear se encontra dos ditos pilares. Pela **Figura 4.21** é possível averiguar que os pilares da estrutura de apoio da balança distam 330 mm entre si.

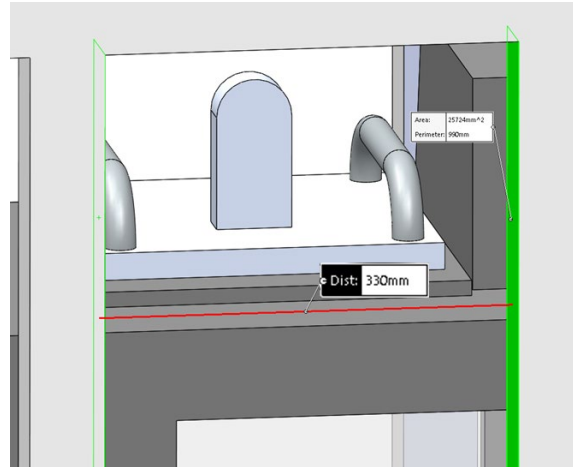


Figura 4.21: Espaçamento entre os pilares da estrutura de apoio da balança.

Já pela **Figura 4.22** é possível constatar que a distância normal entre a face da extremidade inferior da mesa linear que se encontra em contacto com a respectiva barra de fixação e a face anterior dos pilares da estrutura de apoio da balança é de 32 mm.

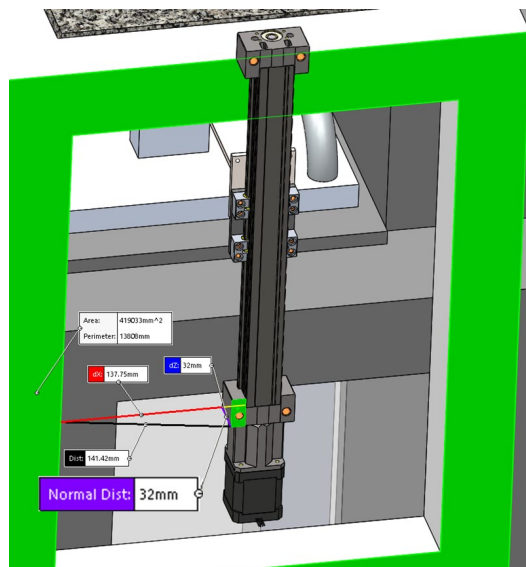


Figura 4.22: Distância normal entre a face da extremidade inferior da mesa linear que se encontra em contacto com a barra de fixação e a face anterior dos pilares da estrutura de apoio da balança.

A barra de fixação inferior foi então projetada com um comprimento total de 420 mm. Tal como a barra de fixação superior, possui a meio vão dois furos passantes de diâmetro $\varnothing 6,6$ mm para efetuar a ligação da extremidade inferior da mesa linear a esta. A barra apresenta ainda nas suas extremidades dois furos passantes de diâmetro $\varnothing 6,6$ mm para possibilitar a sua ligação aos pilares da estrutura de apoio da balança. A **Figura 4.23** ilustra a geometria escolhida para esta barra devidamente legendada.

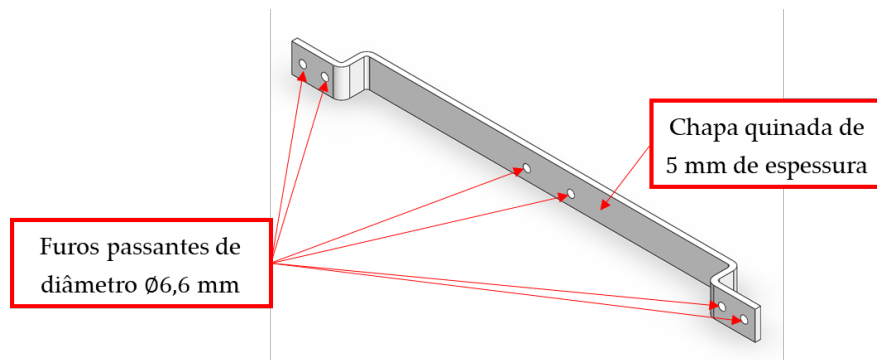


Figura 4.23: Barra de fixação inferior da mesa linear elétrica com a legenda da respectiva geometria.

Salienta-se ainda que existe uma folga de 1 mm entre as faces das extremidades da mesa linear e cada uma das barras de fixação de modo a facilitar a montagem do conjunto.

A mesa linear é ligada às barras de fixação através de parafusos e porcas. Recorrendo novamente à **Tabela 4.3**, verifica-se que um furo passante de diâmetro Ø6,6 mm é compatível com um parafuso de diâmetro nominal Ø6 mm. Deste modo, a ligação entre estes componentes é garantida através de parafusos e porcas de rosca métrica M6 de passo grosso. A **Figura 4.24** representa as duas barras de fixação após fabrico enquanto a **Figura 4.25** retrata o modelo CAD da montagem destas no sistema de pesagem hidrostática.



Figura 4.24: Barras de fixação da mesa linear elétrica após fabrico. À esquerda – barra de fixação superior; à direita – barra de fixação inferior.

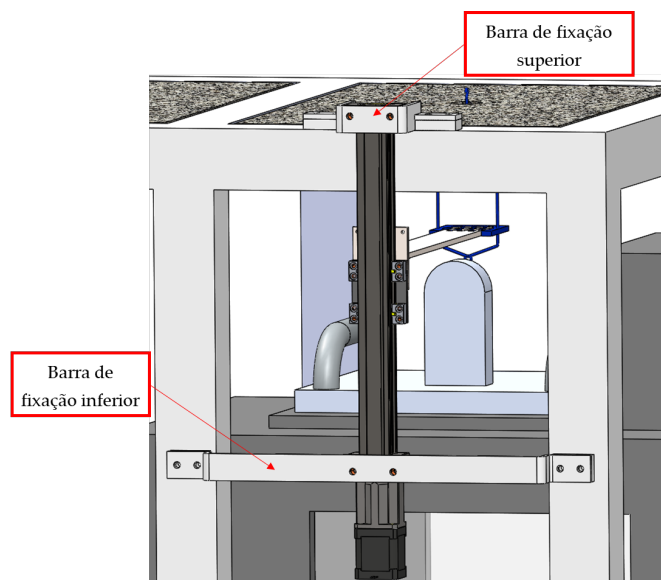


Figura 4.25: Modelo CAD das barras de fixação da mesa linear elétrica introduzidas no sistema de pesagem hidrostática.

Por fim, resta apenas simular pelo MEF a análise estática da distribuição de tensões e deformações nas duas barras. Neste caso e de forma a proporcionar uma simulação mais próxima da realidade, optou por se realizar a simulação numérica do conjunto na sua integridade, isto é, contemplando o garfo, a mesa linear, as barras de fixação e as chapas de furos roscados montados nas suas respectivas posições de funcionamento. As chapas de furos roscados servem para ligar as barras de fixação da mesa linear à estrutura de apoio da balança e serão abordadas em maior detalhe no subcapítulo seguinte. Para esta simulação e devido às limitações do modelo CAD da mesa linear disponibilizado pela Igus, procedeu-se a uma modelação de geometria simplificada da mesa linear elétrica em SolidWorks®, considerando que o material deste componente é o aço inoxidável AISI 316 escolhido para as peças projetadas.

Analogamente às condições de fronteira definidas para a simulação numérica do garfo de movimentação das massas padrão de substituição, aplicou-se novamente uma carga equivalente a 0,25 kgf na cavidade do garfo que alberga as massas padrão de maior diâmetro. Considerando a aceleração gravítica e fixando o conjunto pelas faces das chapas de furos roscados que se encontram em contacto com a estrutura de apoio, gerou-se a malha de elementos finitos e correu-se a simulação. A **Figura 4.26** ilustra a definição das condições de fronteira no conjunto com os componentes devidamente legendados.

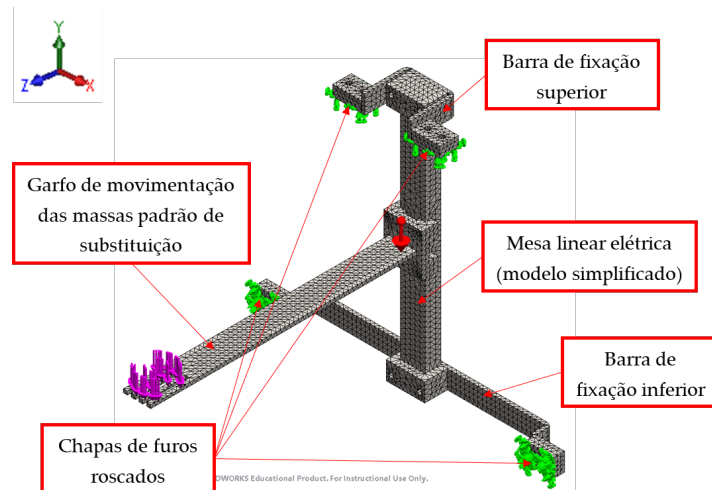


Figura 4.26: Definição das condições de fronteira no conjunto com os seus componentes devidamente identificados. A verde – elementos com deslocamento nulo; a roxo – elementos carregados; a vermelho – vetor aceleração gravítica.

Pela **Figura 4.27**, verifica-se que a tensão máxima de von Mises σ_v no conjunto é de aproximadamente 9,4 MPa e continua localizada na nervura do garfo de movimentação das massas padrão. Aplicando o critério de cedência mencionado na equação (4.1), conclui-se assim que o conjunto se encontra bastante distante do domínio plástico ($\sigma_v = 9,4 \text{ MPa} \ll \sigma_{adm} = 193,33 \text{ MPa}$).

No que diz respeito aos deslocamentos, o seu valor máximo é de aproximadamente 0,36 mm e ocorre na extremidade dos dentes do garfo como fora constatado em análises anteriores não constituindo, portanto, um entrave ao correto funcionamento do mecanismo (**Figura 4.27**).

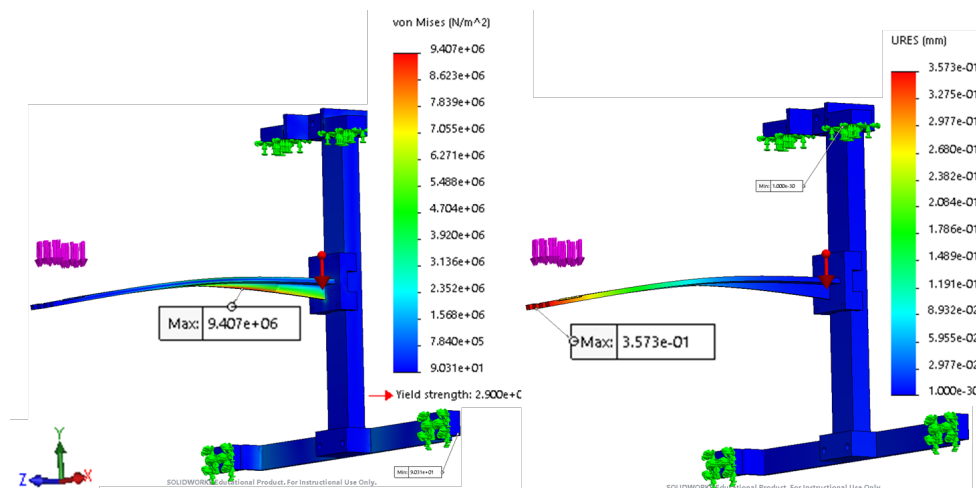


Figura 4.27: Análise da distribuição de tensões (à esquerda) e de deformações (à direita) no conjunto do mecanismo constituído pelo garfo de movimentação das massas padrão, pela mesa linear elétrica, pelas barras de fixação e pelas chapas de furos roscados. O conjunto deformado não se encontra à escala real.

4.1.1.5. Chapa de Furos Roscados para Fixação à Estrutura de Apoio da Balança

Como mencionado anteriormente, a chapa de furos roscados serve como elemento de ligação entre as barras de fixação da mesa linear elétrica e a estrutura de apoio da balança. Esta peça consiste numa chapa de 10 mm de espessura de dimensões 40×26 mm, contemplando ainda de dois furos passantes de rosca métrica M6 de passo grosso. Deste modo, cada barra de fixação é aparafusada a duas destas chapas através de parafusos de rosca métrica M6, estando assim presentes um total de quatro chapas de furos roscados no sistema de pesagem hidrostática otimizado.

Por fim, as quatro chapas de furos roscados são soldadas à estrutura de apoio da balança. Na **Figura 4.28** é possível observar o modelo CAD projetado em SolidWorks® da chapa de furos roscados com a respetiva legenda dos seus constituintes bem como a peça final. Na **Figura 4.29** encontra-se ilustrado o modelo CAD deste componente inserido no sistema de pesagem hidrostática.

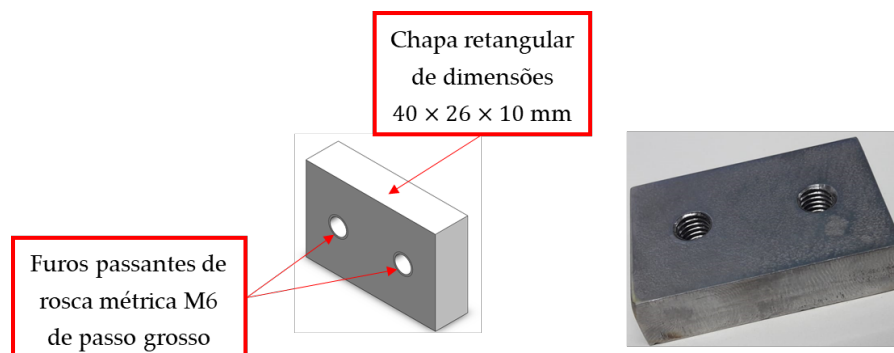


Figura 4.28: Modelo CAD da chapa de furos roscados devidamente legendado (à esquerda) e respetiva peça final (à direita).

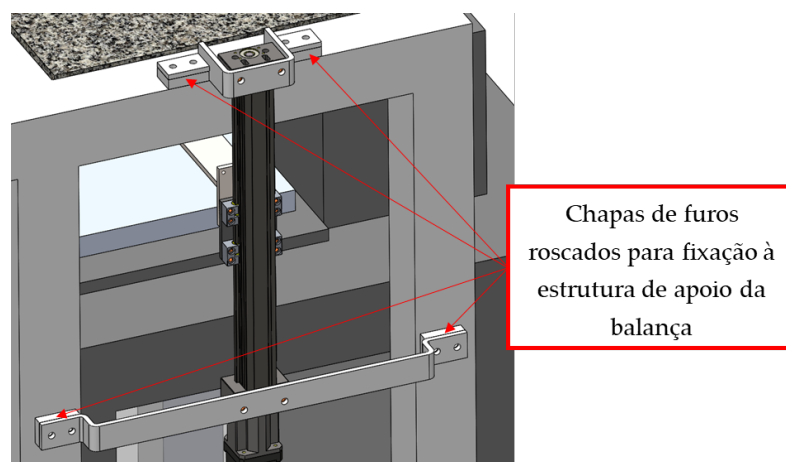


Figura 4.29: Modelo CAD das chapas de furos roscados para fixação à estrutura de apoio da balança introduzidas no sistema de pesagem hidrostática otimizado.

Salienta-se ainda que a análise estática da distribuição de tensões e deformações nesta peça fora previamente abordada no subcapítulo anterior (**Figura 4.27**), estando esta praticamente não solicitada e possuindo deslocamentos desprezáveis.

Observe-se na **Figura 4.30** a montagem em SolidWorks® do conjunto de peças que formam o sistema de pesagem hidrostática após a implementação do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão de substituição. Na mesma figura é também possível observar o conjunto de discos apoiados no garfo que resulta na maior altura de empilhamento.

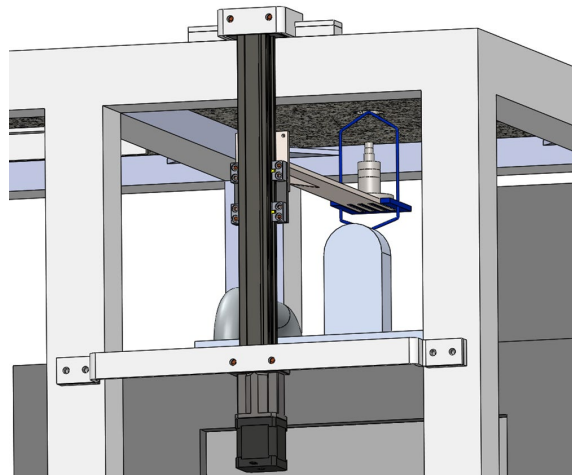


Figura 4.30: Montagem em SolidWorks® do sistema de pesagem hidrostática após implementação do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão de substituição. Está incluído o conjunto de discos que resulta na maior altura de empilhamento.

As dimensões não especificadas dos componentes projetados que englobam este mecanismo encontram-se indicadas de forma mais pormenorizada no **Anexo A1** (desenhos técnicos **A1.1 – A1.13**), bem como os respectivos desenhos de conjunto.

4.1.2. Mecanismo Automatizado para Correção do Menisco

Para efetuar a compensação da massa de menisco formada após a movimentação vertical da esfera de silício, visando assim um incremento na sua reprodutibilidade e, como consequência, uma maior fiabilidade nas pesagens, foi concebido um mecanismo automatizado que permite efetuar esta compensação através de um sistema de vasos comunicantes.

O vaso comunicante é constituído essencialmente por um tubo flexível que estabelece a ligação entre o líquido de teste contido no reservatório e o mesmo líquido contido no interior de um balão. No início de cada ensaio hidrostático, a superfície livre do líquido no interior do balão deverá estar à mesma cota que a superfície livre do

líquido no reservatório de forma a garantir o equilíbrio hidrostático do sistema. Após o movimento vertical da esfera, seja ele ascendente ou descendente, o balão elevar-se-á a uma cota igual ou superior à altura de menisco formado, regressando novamente à sua posição inicial uns instantes depois. As pesagens W_{Esfera} e W_{Susp3} serão iniciadas cerca de 60 s após concluído o movimento ascendente e descendente do balão conferindo, desta forma, um tempo de espera para a superfície livre do líquido no interior do reservatório estabilizar.

O balão é, por sua vez, fixo a um suporte, recorrendo para o efeito a uma garra em aço inoxidável disponível no LPL, cujo movimento vertical é controlado por meio de uma outra mesa linear elétrica uniaxial da Igus semelhante àquela que atua no mecanismo de movimentação das massas padrão. Identicamente a este mecanismo, o suporte do balão foi igualmente projetado em aço inoxidável AISI 316.

A mesa linear é aparafusada diretamente a um dos pilares da estrutura de apoio da balança através de quatro parafusos e porcas de rosca métrica M6 de passo grosso, tal como constatado anteriormente. O controlo do motor de passo da mesa linear é realizado de forma semelhante ao do mecanismo de movimentação das massas padrão.

4.1.2.1. Suporte do Balão

O suporte do balão é o componente responsável por efetuar a ligação entre o balão e a mesa linear que atua neste mecanismo. Este componente consiste essencialmente numa haste de secção circular constante de diâmetro $\varnothing 12$ mm e 400 mm de altura, soldada a uma chapa retangular de dimensões $50 \times 30 \times 5$ mm que lhe serve de apoio. A altura da haste foi especificada com base na altura do balão (aproximadamente 300 mm), estando este representado na **Figura 4.31**.



Figura 4.31: Balão usado no mecanismo para a correção do menisco.

A chapa de apoio da haste encontra-se, por sua vez, soldada a uma chapa de fixação semelhante à projetada para ligar o garfo de movimentação das massas padrão à outra mesa linear. Tal como neste caso, a ligação da chapa de fixação à carruagem da mesa linear é também efetuada através de quatro parafusos de rosca métrica M4 de passo grosso.

Entre a chapa de apoio da haste e a chapa de fixação do suporte existem ainda duas nervuras de 50 mm de comprimento e 5 mm de espessura com o intuito de reduzir a flecha máxima no apoio da haste. Ambas as nervuras encontram-se soldadas a estas duas peças.

O modelo CAD do suporte do balão e a peça obtida após fabrico encontram-se ilustrados na **Figura 4.32** com os seus elementos convenientemente identificados. Na **Figura 4.33** encontra-se representado o modelo do suporte do balão introduzido no sistema de pesagem hidrostática em conjunto com a garra de fixação e a mesa linear elétrica que a movimenta, estando estes componentes dispostos de maneira a que a superfície livre do líquido de teste no interior do balão esteja à mesma cota que a superfície de líquido no interior do reservatório. De salientar que devido à sua geometria complexa, a garra de fixação foi modelada de forma simplificada através das suas dimensões gerais.

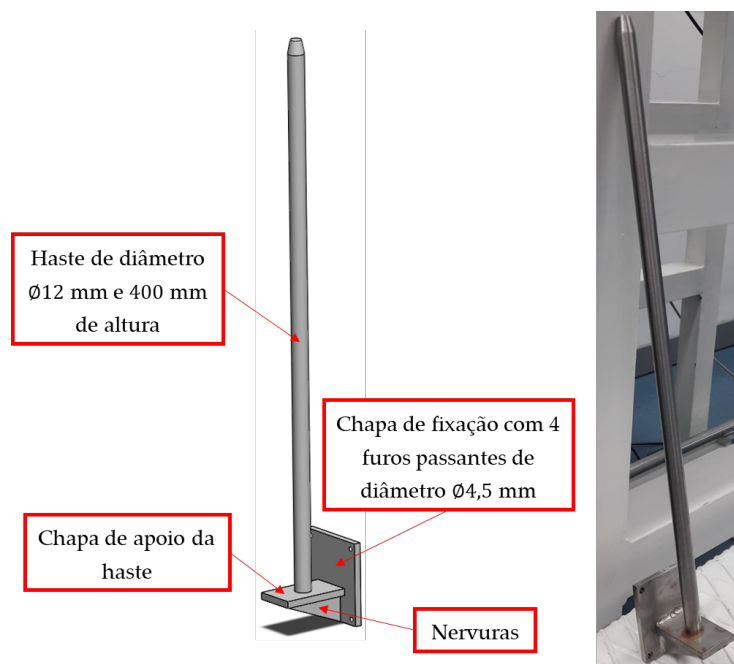


Figura 4.32: Modelo CAD do suporte do balão com os respetivos elementos devidamente identificados (à esquerda) e peça fabricada (à direita).

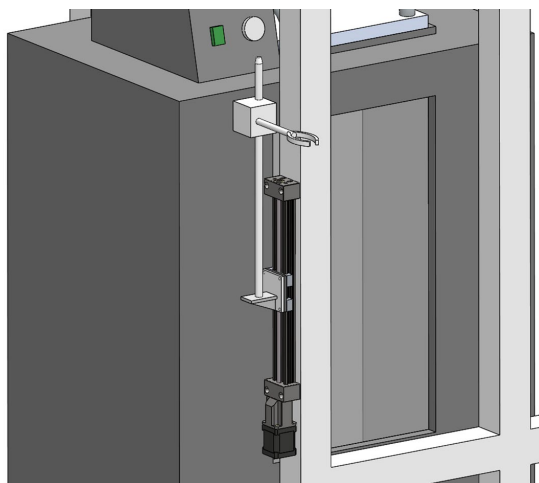


Figura 4.33: Modelo CAD do suporte do balão introduzido no sistema de pesagem hidrostática em conjunto com a garra e a mesa linear elétrica que a movimenta.

Para a simulação em SolidWorks® através do MEF, aplicou-se uma carga total máxima de 2 kgf na pinça da garra, estando esta posicionada na extremidade superior da haste do suporte. Este valor corresponde a carregar o suporte com um balão de 1 L de capacidade, semelhante ao da **Figura 4.31**, preenchido com um líquido de massa volúmica igual a 2000 kg/m^3 , sendo a massa do balão e da garra praticamente desprezáveis face à massa de líquido no seu interior. De forma análoga à simulação numérica do garfo de movimentação das massas padrão de substituição e contabilizando a ação gravítica, fixou-se o conjunto pela face da chapa que se encontra em contacto com a carruagem da mesa linear. Na **Figura 4.34** observa-se definição das condições de fronteira para a análise estática do suporte do balão, equipado com a garra, com a respetiva malha de elementos finitos.

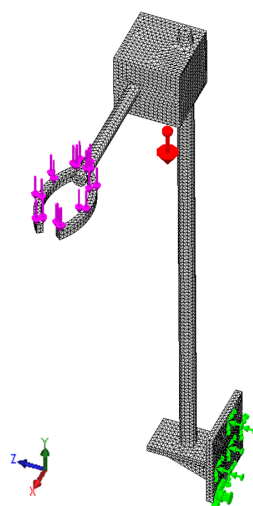


Figura 4.34: Definição da malha de elementos finitos e condições de fronteira para a análise estática ao suporte do balão + garra de fixação. A verde – elementos com deslocamento nulo; a roxo – elementos carregados; a vermelho – vetor aceleração gravítica.

Concluída a simulação, realizou-se a análise de tensões e deformações a que o conjunto suporte + garra se encontra sujeito. Pela **Figura 4.35** é possível averiguar que a tensão de von Mises σ_v no conjunto é máxima no ponto de contacto entre a vareta da garra e o cubo de ligação à haste do suporte, com um valor equivalente a 25,8 MPa. Pelo mesmo critério de cedência aplicado anteriormente, verifica-se assim que o material se encontra distante de entrar em plastificação ($\sigma_v = 25,8 \text{ MPa} < \sigma_{adm} = 193,33 \text{ MPa}$).

No que diz respeito à análise de deformações no conjunto, é possível constatar identicamente pela **Figura 4.35** que o deslocamento máximo é de aproximadamente 1,86 mm e ocorre na extremidade da garra de fixação do balão, não sendo um valor exagerado tendo em conta que este mecanismo não requer uma precisão no seu movimento idêntica à do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão.

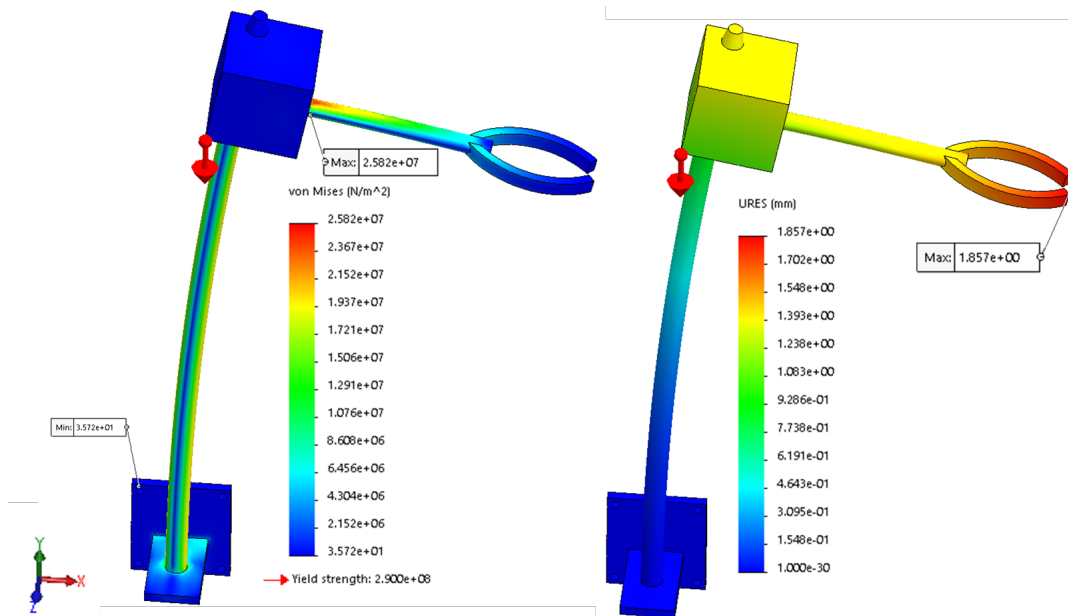


Figura 4.35: Análise da distribuição de tensões (à esquerda) e de deformações (à direita) no suporte e respetiva garra de fixação do balão. A deformada do conjunto não se encontra à escala real.

Por fim, foi necessário conferir se o modelo da mesa linear elétrica escolhido se adequava a este mecanismo. Analogamente ao estudo realizado no mecanismo de movimentação das massas padrão de substituição, analisaram-se as forças e momentos de reação no apoio do suporte do balão. Recorrendo à **Figura 4.36**, observa-se uma força de reação vertical F_Y na chapa de fixação do suporte de aproximadamente 35,7 N e um momento resultante M_{Res} de 4,59 N.m. Comparando o valor de F_Y com a carga estática máxima axial suportada pela mesa linear elétrica de fuso (tamanho 0630) da Igus (100

N), verifica-se assim que este modelo consegue suportar os carregamentos de serviço do mecanismo para a correção do menisco ($F_Y = 35,7 \text{ N} < 100 \text{ N}$).

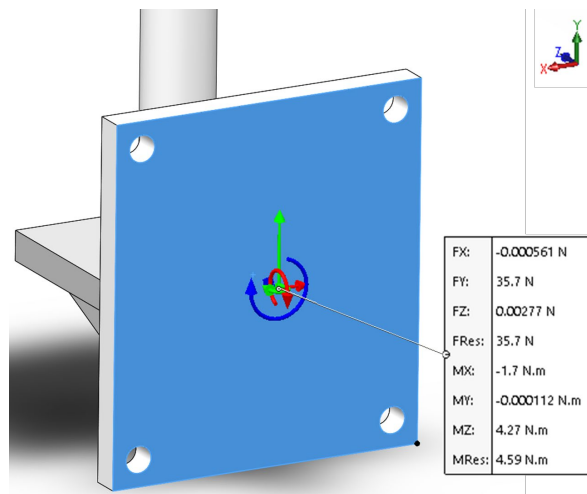


Figura 4.36: Forças e momentos de reação no apoio do suporte do balão.

As dimensões não especificadas das peças projetadas que constituem o suporte do balão encontram-se indicadas em maior detalhe no **Anexo A1** (desenhos técnicos **A1.14 – A1.18**), bem como o respetivo desenho de conjunto deste componente.

4.1.3. Suporte da Esfera de Silício com Argola Incorporada

Fora também verificado no sistema de pesagem hidrostática do LPL que a ligação entre o fio da suspensão e o suporte da esfera de silício demonstrava uma grande facilidade em deslocar-se da sua posição de funcionamento, correndo-se assim o risco de se ter que desmontar o reservatório do líquido de teste para corrigir o problema. De modo a evitar esta adversidade, projetou-se, com auxílio do SolidWorks®, um suporte da esfera em aço inoxidável AISI 316 com as mesmas dimensões que aquele em uso no LPL contemplando, porém, uma argola de pequenas dimensões soldada ao pórtilco deste (**Figura 4.37**). Esta argola possibilita uma ligação mais consistente ao fio da suspensão, mantendo-o na posição desejada. Na **Figura 4.37** encontra-se também representado o produto final após fabrico.

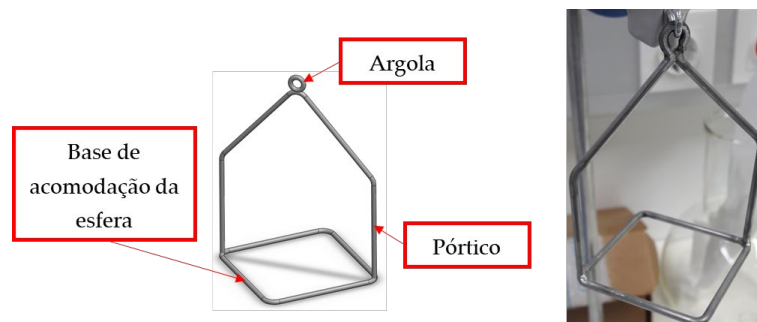


Figura 4.37: Modelo CAD do suporte da esfera de silício com argola incorporada (à esquerda) e respectivo produto final após fabrico (à direita).

Como o suporte da esfera que já integrava o sistema de pesagem hidrostática do LPL se encontrava projetado para sustentar os carregamentos exercidos por esta e dado que a argola possui uma espessura muito semelhante à do arame do suporte, optou-se por não realizar simulação numérica neste componente.

As dimensões deste componente encontram-se especificadas de forma pormenorizada no **Anexo A1** (desenhos técnicos **A1.19** – **A1.21**), estando também incluído o seu respetivo desenho de conjunto.

4.1.4. Ligações Soldadas

Como mencionado anteriormente, a maioria das peças que constituem os componentes que integram os diferentes mecanismos projetados foram ligadas entre si recorrendo à soldadura. Os cordões de soldadura são de ângulo e as suas espessuras foram especificadas em função da espessura das chapas a soldar, tal como se pode observar pela **Tabela 4.7**.

Tabela 4.7: Espessura dos cordões de soldadura de ângulo em função da espessura da chapa [34].

Dimensões em mm

e	a	e	a	e	a	e	a
4	2	14	6	30	10	50	14
6	3	18	7	35	11	55	15
8	4	22	8	40	12	60	16
11	5	26	9	45	13	80	16

Na tabela anterior, e representa a espessura das chapas a soldar e a a espessura do respetivo cordão. Quando as chapas a soldar apresentam espessuras diferentes, a espessura do cordão é imposta pela chapa de menor espessura. As espessuras dos cor-

dões correspondentes a espessuras da chapa que não figuram na tabela foram obtidas por interpolação.

Os cordões de soldadura efetuados na ligação das diferentes peças encontram-se indicados de forma detalhada nos desenhos técnicos presentes no **Anexo A1** (desenhos técnicos **A1.1 – A1.21**).

4.1.5. Conceção de Protótipos

De modo a testar o funcionamento do mecanismo de movimentação das massas padrão de substituição, foram impressos tridimensionalmente à escala real protótipos da extremidade do braço do garfo e do suporte das massas padrão. O movimento de deposição e recolha das massas padrão do respetivo suporte foi ensaiado manualmente para garantir que as folgas entre os dentes do garfo e as ranhuras do suporte eram suficientes para compensar possíveis desalinhamentos entre os dois componentes. A conceção destes protótipos teve também como objetivo aferir se as dimensões do suporte das massas padrão se adequavam ao espaço disponível e se a ligação entre este componente e o gancho da balança era estável. Apenas seria possível avançar com o projeto caso todas estas condições estivessem reunidas.

Na **Figura 4.38** é possível observar os protótipos impressos a 3D bem como o suporte das massas padrão de substituição ligado à balança do sistema de pesagem hidrostática do LPL.



Figura 4.38: À esquerda – protótipo do suporte das massas padrão; ao centro – protótipo da extremidade do braço do garfo; à direita – protótipo do suporte das massas padrão ligado à balança do sistema de pesagem hidrostática.

4.1.6. Montagem do Equipamento

Após o fabrico de todos os componentes projetados que integram os mecanismos automatizados de movimentação das massas padrão de substituição e de correção do menisco, estes foram posicionados na estrutura de apoio da balança de acordo com a modelação do conjunto efetuada em SolidWorks®.

As quatro chapas de furos roscados para a fixação das barras que servem de apoio à mesa linear elétrica do mecanismo de movimentação das massas padrão foram soldadas à estrutura através de cordões periféricos de canto de 4,5 mm de espessura. A espessura destes cordões foi escolhida com base na **Tabela 4.7** e adotando os critérios previamente mencionados.

Para a fixação da mesa linear elétrica do mecanismo de correção do menisco, foram abertos quatro furos passantes de diâmetro $\varnothing 6,6$ mm num dos pilares da estrutura de apoio da balança. Estes furos são concêntricos com os furos existentes nas extremidades da mesa linear.

Na **Figura 4.39** é possível observar duas das quatro chapas de furos roscados soldadas à estrutura de apoio da balança bem como os quatro furos passantes abertos num dos pilares desta. Salienta-se ainda que as barras de fixação da mesa linear que integra o mecanismo de movimentação das massas padrão, assim como as respectivas chapas de furos roscados, foram pintadas de branco para condizer com a cor da estrutura.



Figura 4.39: Duas das quatro chapas de furos roscados soldadas à estrutura de apoio da balança (à esquerda) e quatro furos passantes abertos num dos pilares desta (à direita).

Na **Figura 4.40** encontra-se representado o sistema de pesagem hidrostática do LPL otimizado com a implementação do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão de substituição. Já a **Figura 4.41** ilustra o sistema após implementação do mecanismo automatizado para a correção do efeito de menisco. O sistema completo e otimizado de pesagem hidrostática pode ser observado na **Figura 4.42**.



Figura 4.40: Sistema de pesagem hidrostática otimizado do LPL com a implementação do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão de substituição. À esquerda – mesa linear aparafusada à estrutura através das suas barras de fixação; à direita – garfo carregado com um conjunto de massas padrão de substituição e o respectivo suporte.



Figura 4.41: Sistema de pesagem hidrostática otimizado do LPL otimizado com a implementação do mecanismo automatizado para a correção do efeito de menisco. À esquerda – mesa linear, suporte do balão e respetiva garra de fixação; à direita – mecanismo completo com o balão e vaso comunicante.



Figura 4.42: Sistema completo de pesagem hidrostática do LPL após a implementação dos mecanismos projetados.

As ligações elétricas dos componentes de controlo dos motores de passo das mesas lineares foram identicamente efetuadas. Para garantir a proteção do circuito elétrico e isolá-lo do meio circundante, este foi instalado no interior de uma caixa própria para a acomodação de componentes eletrónicos. Cada componente é fixo à caixa através de parafusos e porcas, dispondo esta ainda de furos que possibilitam a ventilação da fonte de alimentação e previnem o sobreaquecimento dos restantes componentes no seu interior. A ligação da placa Arduino UNO R3 ao computador é realizada através de uma ranhura aberta na parte traseira da caixa que expõe a porta USB da placa. De modo a permitir uma ligação rápida e desmontável dos motores de passo às suas respetivas placas de controlo TB6600, integrou-se uma ficha de dez pinos no sistema de controlo, sendo também usada para a ligação de um interruptor de fim de curso instalado no corpo da mesa linear do mecanismo de movimentação das massas padrão (**Figura 4.43**). Constata-se pela **Figura 4.44** o interior da caixa com o respetivo circuito elétrico montado e a identificação das suas características exteriores.



Figura 4.43: Interruptor NTE de fim de curso instalado no corpo da mesa linear do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão.



Figura 4.44: À esquerda – circuito elétrico de controlo dos motores de passo montado no interior da caixa; ao centro – ligações existentes na parte traseira da caixa; à direita – furos de ventilação abertos no topo da caixa.

4.1.7. Controlo e Programação em LabVIEW® das Mesas Lineares Elétricas

4.1.7.1. Princípios de Funcionamento

Os motores de passo NEMA17 Litze das mesas lineares elétricas que integram os dois mecanismos automatizados foram programados recorrendo à interface LINX para LabVIEW®. Esta interface é responsável por estabelecer a ligação entre a placa Arduino UNO R3 e o *software* LabVIEW®, permitindo assim que a placa seja programada em linguagem de diagrama de blocos de funções ao invés de C++.

A placa de controlo TB6600 possui três portas que são ligadas às portas digitais da placa Arduino: PUL (*Pulse*), DIR (*Direction*) e ENA (*Enable*). A primeira é a responsável pela rotação do motor, sendo o número de pulsos enviados para esta porta o respetivo número de passos que o motor se movimenta. Um pulso corresponde a alimentar a porta com uma tensão equivalente a 5 V, retirando-a após um determinado instante. A porta DIR define a direção de rotação do motor. Ao aplicar uma tensão de 5 V,

o motor gira num determinado sentido e ao retirá-la, o motor gira em sentido contrário. Por último, a porta ENA está encarregue de fornecer corrente elétrica ao motor. Quando é aplicada uma tensão de 5 V nesta porta, a alimentação do motor pela fonte de 24 V é cortada e quando esta tensão é nula, o motor encontra-se ligado.

As respetivas ligações entre as portas das duas placas TB6600 que controlam cada uma das mesas lineares e as portas digitais da placa Arduino UNO R3 encontram-se apresentadas na **Tabela 4.8**.

Tabela 4.8: Ligações entre as portas das placas TB6600 que controlam os motores de passo das mesas lineares de cada mecanismo e as portas digitais da placa Arduino UNO R3.

	Porta da placa de controlo TB6600	Porta digital da placa Arduino
Mecanismo de movimentação das massas padrão	PUL	2
	DIR	3
	ENA	4
Mecanismo para correção do menisco	PUL	8
	DIR	9
	ENA	10

Foram criados três programas distintos em LabVIEW® para o controlo das mesas lineares: um programa que permite ao utilizador controlar manualmente o movimento de cada uma e outros dois que controlam cada mesa de forma automatizada consoante os respetivos requisitos funcionais durante um ciclo de pesagem.

4.1.7.2. Programa de Controlo Manual das Mesas Lineares Elétricas

A **Figura 4.45** ilustra o painel frontal do programa elaborado em LabVIEW® para o controlo manual dos motores de passo das mesas lineares que integram cada um dos mecanismos projetados.



Figura 4.45: Painel frontal do programa em LabVIEW® para o controlo manual dos motores de passo das mesas lineares dos mecanismos projetados.

Para operar o programa de controlo manual das mesas lineares elétricas, o utilizador deve começar por especificar a porta de série do computador em que a placa Arduino UNO R3 se encontra ligada. Por definição, esta encontra-se ligada à porta COM38 do computador do sistema de pesagem hidrostática do LPL. O utilizador deverá aguardar para que a luz abaixo de "Sistema Operacional" se acenda e só depois poderá começar a controlar a mesa linear desejada, selecionando-a na lista abaixo de "Mesa Linear".

Como mencionado anteriormente, é necessário enviar um pulso ao motor desejado para que este gire um passo, correspondendo a um determinado ângulo de rotação do seu veio e, por sua vez, a um deslocamento da carruagem da mesa linear. A forma mais fácil de imprimir rotação ao motor é gerar uma onda quadrada na porta PUL da respetiva placa de controlo TB6600 com uma dada frequência e duração. A frequência (em Hz) estabelece a velocidade constante de rotação do motor enquanto a duração (em s) define o intervalo de tempo em que este se encontra em movimento. Estes parâmetros devem ser especificados pelo utilizador no painel frontal do programa de controlo manual das mesas lineares.

Por fim, resta escolher o sentido de deslocamento da carruagem da mesa linear a movimentar, controlado pelo botão existente abaixo de "Sentido". Como as mesas lineares se encontram dispostas na vertical com os motores de passo situados nas suas extremidades inferiores, os movimentos das carruagens são, logicamente, de subir e descer. O movimento é então iniciado quando o utilizador prime o botão "Mover".

Salienta-se ainda que o programa elaborado contempla de um botão "Stop" de paragem de emergência, podendo ser premido em qualquer instante e cessando por completo o movimento da carruagem. Em caso de ocorrência de algum erro durante a execução do programa, este é parado de imediato e é apresentada uma mensagem na caixa "Diagnóstico de erro".

O diagrama de blocos em LabVIEW® do programa de controlo manual das mesas lineares encontra-se no **Anexo A2** (diagrama **A2.1**).

4.1.7.3. Programa de Controlo da Mesa Linear do Mecanismo Automatizado de Movimentação das Massas Padrão

Como referido anteriormente, o mecanismo de movimentação das massas padrão de substituição tem como principal objetivo efetuar a deposição e recolha das massas padrão de um suporte localizado abaixo da balança e ligado a esta. A pesagem do conjunto de massas padrão é realizada em dois instantes distintos. Como tal, o programa de controlo em LabVIEW® da mesa linear deste mecanismo foi duplamente implementado no programa de pesagem já existente. Neste programa, o utilizador era notificado através de uma caixa de diálogo para carregar ou descarregar as massas padrão de substituição. Esta caixa foi então substituída pelo programa elaborado, evitando assim interrupções durante a execução do ensaio hidrostático.

Observe-se pela **Figura 4.46** o painel frontal do programa de controlo em LabVIEW® da mesa linear do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão. Salienta-se que, por questões pedagógicas e de realização de testes, optou por se incluir no painel os controlos que definem a frequência e duração da onda quadrada responsável pelo movimento da carruagem da mesa linear, bem como a caixa de diagnóstico de erro. Porém, estes controlos e indicadores não foram implementados no painel frontal do programa já existente do sistema de pesagem hidrostática, mantendo-se apenas as luzes de indicação de posição da carruagem e a caixa de seleção da porta de série da placa Arduino. O botão "Stop" visível na figura simula o comportamento daquele que integra o programa completo, imobilizando a carruagem da mesa linear no instante em que é premido.

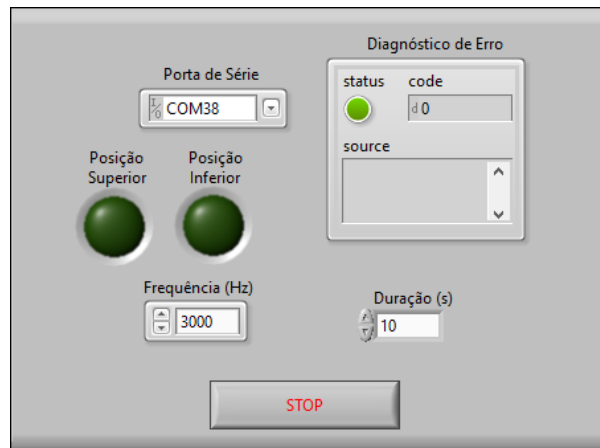


Figura 4.46: Painel frontal do programa em LabVIEW® de controlo da mesa linear do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão de substituição.

Após a iniciação do programa que executa o ensaio hidrostático, é verificado se a carruagem da mesa linear se encontra na sua posição superior. A verificação desta condição é efetuada por meio do interruptor de fim de curso instalado no corpo da mesa linear. A posição deste interruptor foi definida tal que a face inferior do braço do garfo se situe aproximadamente 5 mm acima da face superior da base do suporte das massas padrão (**Figura 4.47**), permitindo, desta forma, o carregamento das massas padrão de substituição no garfo. O interruptor encontra-se ligado à porta digital 13 da placa Arduino.

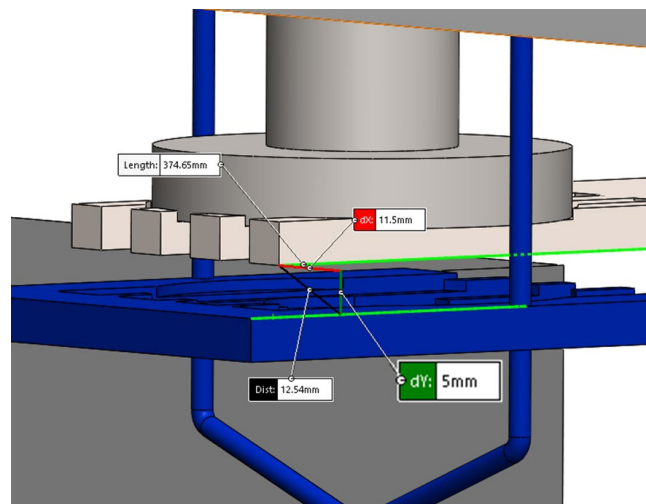


Figura 4.47: Distância vertical (dY) entre a face inferior do braço do garfo e a face superior da base do suporte das massas padrão quando o garfo se encontra na sua posição superior, delimitada pelo interruptor de fim de curso. O conjunto de massas padrão encontra-se apoiado na extremidade do garfo.

Caso a carruagem não se encontre na sua posição de limite superior, o programa aciona o motor de passo que a movimenta no sentido ascendente com uma veloci-

dade linear constante de aproximadamente 0,223 mm/s, isto é, o equivalente a gerar uma onda quadrada na porta PUL de 1000 Hz de frequência, imobilizando-a assim que o interruptor de fim de curso é acionado. Este movimento pressupõe que a carruagem se encontra sempre abaixo do nível do interruptor, devendo o utilizador verificar a sua posição antes de iniciar o ensaio hidrostático. No caso em que a carruagem já se encontre na posição superior, o programa salta automaticamente para o passo seguinte.

Estando a carruagem na sua posição superior, o programa informa o operador, através de uma caixa de diálogo, para colocar o conjunto de massas padrão de substituição no garfo. Estando este carregado, prime-se o botão “Ok” para que seja iniciado o primeiro passo da sequência de pesagem pelo método da substituição.

Terminado o primeiro passo da sequência de pesagem, o programa aciona o motor que desloca a carruagem no sentido descendente, à mesma velocidade de 0,223 mm/s, para efetuar a deposição do conjunto de massas no seu respetivo suporte. É crucial que os movimentos de recolha e deposição do conjunto de massas pelo garfo sejam realizados a baixas velocidades de modo a minimizar as oscilações do suporte e prevenir que as massas sejam derrubadas. O movimento de descida da carruagem tem uma duração aproximada de 55 s, levando a que a face superior do braço do garfo dista 5 mm da face inferior da base do suporte das massas padrão (**Figura 4.48**) quando a carruagem se encontra na sua posição de limite inferior.

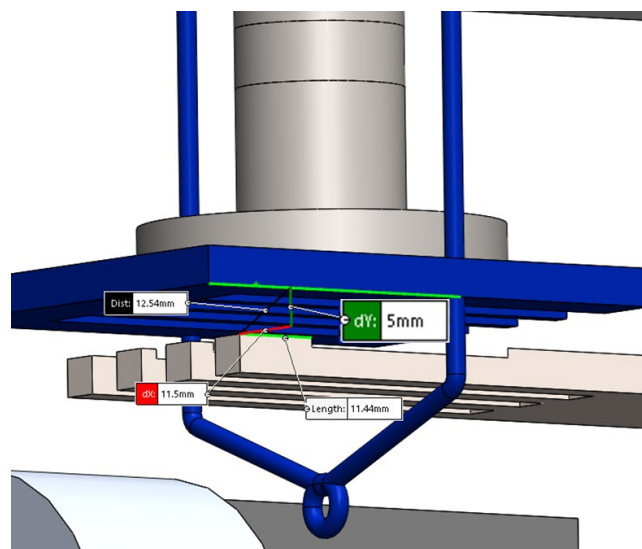


Figura 4.48: Distância vertical (dY) entre a face superior do braço do garfo e a face inferior da base do suporte das massas padrão quando o garfo se encontra na sua posição de limite inferior. O conjunto de massas padrão encontra-se apoiado na base do seu respetivo suporte.

De seguida, são realizadas as leituras da balança carregada com as massas padrão de substituição tal como o programa se encontrava previamente definido. Concluídas estas pesagens, o programa elaborado encarrega-se de recolher o conjunto de discos do suporte movendo o garfo no sentido ascendente à mesma velocidade constante de 0,223 mm/s. O seu movimento é novamente interrompido pelo interruptor de fim de curso. A programação do garfo durante o passo 6) da sequência de pesagem é idêntica à descrita, à exceção da caixa de diálogo que solicita ao operador para carregar as massas no garfo que não será apresentada neste passo e nos seguintes ciclos de pesagem.

O diagrama de blocos em LabVIEW® do programa de controlo da mesa linear do mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão encontra-se no **Anexo A2** (diagrama A2.2).

4.1.7.4. Programa de Controlo da Mesa Linear do Mecanismo Automatizado para Correção do Efeito de Menisco

Como o nome indica, este mecanismo está encarregue de minimizar a massa de menisco formada aquando do movimento vertical da esfera. Os princípios de funcionamento do programa de controlo desenvolvido para este mecanismo são bastante semelhantes ao do mecanismo de movimentação das massas padrão. A **Figura 4.49** ilustra o painel frontal do código em LabVIEW® concebido para a automatização do mecanismo para correção do menisco.

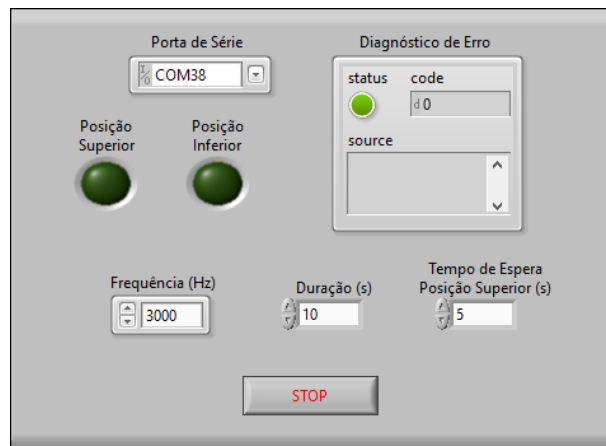


Figura 4.49: Painel frontal do programa em LabVIEW® de controlo da mesa linear do mecanismo automatizado para correção do menisco.

A aparência do painel frontal deste programa e a sua respetiva implementação no programa principal do sistema de pesagem hidrostática foram realizadas de forma muito semelhante às do programa de controlo do outro mecanismo. A única exceção

neste painel prende-se apenas com o controlo “Tempo de Espera Posição Superior”, sendo único no programa de controlo da mesa linear do mecanismo para a correção do menisco e cujo papel será explicado de seguida.

No início de um determinado ensaio, o operador é notificado com uma caixa de diálogo que lhe pede para confirmar se as superfícies livres do líquido no interior do reservatório e do balão se encontram ao mesmo nível. Esta condição deve ser verificada para que o sistema de vasos comunicantes funcione corretamente. Concluída esta verificação, prime-se o botão “Ok” e o primeiro ciclo de pesagem é iniciado.

O mecanismo para correção do menisco é acionado por esta rotina em dois momentos distintos do ciclo de pesagem: precisamente após os movimentos descendente e ascendente da esfera correspondendo, respetivamente, a colocar e retirá-la do seu suporte. Em qualquer um destes momentos, a carruagem da mesa linear do mecanismo começa por se deslocar no sentido ascendente e a velocidade constante até que o balão se eleve a uma cota igual ou superior à altura do menisco. Quando a carruagem se encontrar na sua posição de limite superior, esta permanece em repouso durante um intervalo de tempo a definir até iniciar o movimento de regresso à sua posição inicial à mesma velocidade.

O intervalo de tempo em que o balão se encontra em repouso na sua posição superior tem como objetivo permitir a estabilização da superfície livre do líquido no interior do reservatório, uma vez que a coluna deste irá aumentar ligeiramente pelo facto da superfície livre do líquido no interior do balão se encontrar a uma cota superior. Quando o balão retorna à sua posição inicial, por processo inverso, a coluna de líquido no interior do reservatório diminui, voltando à sua altura inicial e minimizando a massa de menisco formada pelo alongamento do fio da suspensão.

O diagrama de blocos em LabVIEW® do programa de controlo da mesa linear do mecanismo automatizado para correção do menisco encontra-se no **Anexo A2** (diagrama **A2.3**).

4.2. Folhas de Cálculo

De forma a facilitar o cálculo da massa volúmica do líquido de teste e da sua respetiva incerteza de medição associada, foram elaboradas folhas de cálculo em Excel® que se baseiam nos fundamentos físicos e matemáticos descritos no **Capítulo 3**. Estas folhas de cálculo são alimentadas por uma outra folha que recebe todos os dados provenientes do programa em LabVIEW®.

Com vista à otimização do processo de cálculo da incerteza expandida associada à massa volúmica do líquido de teste, foi também elaborada uma folha de cálculo que compila todos os valores de incerteza-padrão associados aos instrumentos de medição, ao conjunto de massas padrão de substituição, à esfera de silício, às constantes que integram as equações e aos líquidos de teste.

As células das folhas de cálculo que contemplam informação relativa aos parâmetros de entrada das diversas equações encontram-se distintas por cores. As células a verde representam dados provenientes de um determinado ensaio e outros parâmetros passíveis de ser alterados, devendo ser preenchidas manualmente. As células a vermelho correspondem a valores provenientes de cálculos intermédios realizados de forma automática e a parâmetros fixos. Por fim, as células a amarelo representam valores de cálculo final. Deste modo, as células a vermelho e a amarelo deverão permanecer inalteradas.

As folhas em Excel® criadas para o auxílio de todos os cálculos encontram-se no **Anexo A3** (cálculo da massa volúmica do líquido – folha **A3.1**; compilação de incertezas-padrão – folha **A3.2**; cálculo da incerteza expandida associada à massa volúmica do líquido – folhas **A3.3 – A3.13**).

4.3. Caraterização dos Líquidos em Estudo

No decorrer do presente trabalho foram ensaiados três líquidos distintos com o principal objetivo de determinar as suas massas volúmicas.

No âmbito do projeto 17RPT02 rhoLiq, foram ensaiados dois líquidos: a água deuterada (1,5 % volume) e o n-dodecano. Os líquidos foram ensaiados em três diferentes regimes de temperatura: a 15 °C, 20 °C e 25 °C. Estes ensaios foram levados a cabo ainda numa fase de pré-otimização do sistema de pesagem hidrostática.

Numa segunda abordagem, realizaram-se ensaios à água ultrapura (do tipo I), a 20 °C, através do sistema de pesagem hidrostática do LPL pré e pós-otimizado com o intuito de validar os mecanismos projetados bem como as folhas de cálculo elaboradas.

Na **Tabela 4.9** encontram-se listadas algumas propriedades físicas dos líquidos em estudo relevantes para o cálculo da massa volúmica e respetiva incerteza expandida de medição.

Tabela 4.9: Propriedades físicas dos líquidos em estudo [38].

Líquido	Massa volúmica nominal (a 20 °C) [kg/m³]	Tensão superficial nominal [mN/m]	Coeficiente cúbico de expansão térmica [kg/m³.K]		Coeficiente de compressibilidade isotérmica [Pa ⁻¹]	
			Valor	$U (k = 1)$	Valor	$U (k = 1)$
Água ultrapura (tipo I)	998	72,86	−0,214 a 20 °C	0,02	$45,8 \times 10^{-11}$ a 20 °C	2×10^{-11}
Água deuterada (1,5 % volume)	998	73	−0,15 a 15 °C	0,02	47×10^{-11} a 15 °C	2×10^{-11}
			−0,21 a 20 °C		46×10^{-11} a 20 °C	
			−0,26 a 25 °C		45×10^{-11} a 25 °C	
N-dodecano	748	25	−0,73	0,05	80×10^{-11}	10×10^{-11}

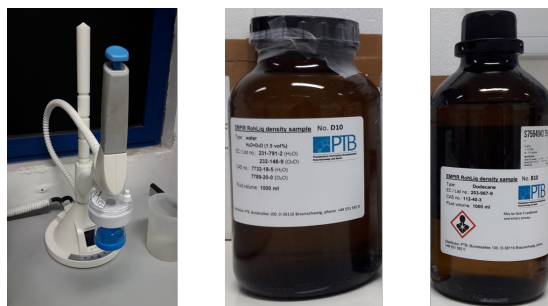


Figura 4.50: À esquerda – dispensador Millipore® de água ultrapura (tipo I); ao centro – água deuterada (1,5 % volume); à direita – n-dodecano.

4.4. Realização de Ensaaios

4.4.1. Limpeza dos Componentes

Entre os ensaios de dois líquidos distintos, os componentes que se encontram em contacto direto com o líquido, isto é, o reservatório, o fio da suspensão, a esfera de silício e o seu respetivo suporte, foram inicialmente mergulhados num recipiente de água ultrapura do tipo I e posteriormente limpos com uma solução de éter de petróleo. Só desta forma é possível prevenir a contaminação das amostras a ensaiar.

4.4.2. Pesagem Hidrostática

A realização de ensaios através do sistema de pesagem hidrostática começa pelo enchimento do reservatório com o líquido em estudo. Esta etapa inicial consiste num processo bastante minucioso que deverá ser efetuado de forma cuidadosa para evitar a dissolução de gases nos líquidos, especialmente quando o líquido em causa é a água ultrapura, caso particular em que se procedeu à sua desgaseificação antes de ser introduzida no reservatório. A alimentação do reservatório com o líquido de teste é efetuada através de uma vareta metálica com o auxílio de um funil de vidro.

O banho é então regulado para a temperatura de ensaio desejada. Após a estabilização térmica do líquido de teste, os ensaios podem finalmente ser realizados.

Foi executado o programa em LabVIEW®, descrito no **Subcapítulo 3.4**, no método de pesagem direta para determinar o conjunto de massas padrão de substituição a utilizar. Na **Figura 4.51** encontra-se representado o programa em LabVIEW® em execução neste método de pesagem, sendo indicado pela luz verde abaixo de *DIR READ* (*Direct Read* - Leitura Direta) e destacado a vermelho na figura. Todos os valores medidos pelos diferentes instrumentos que integram o sistema podem ser visualizados em tempo real nas matrizes igualmente destacadas na figura.

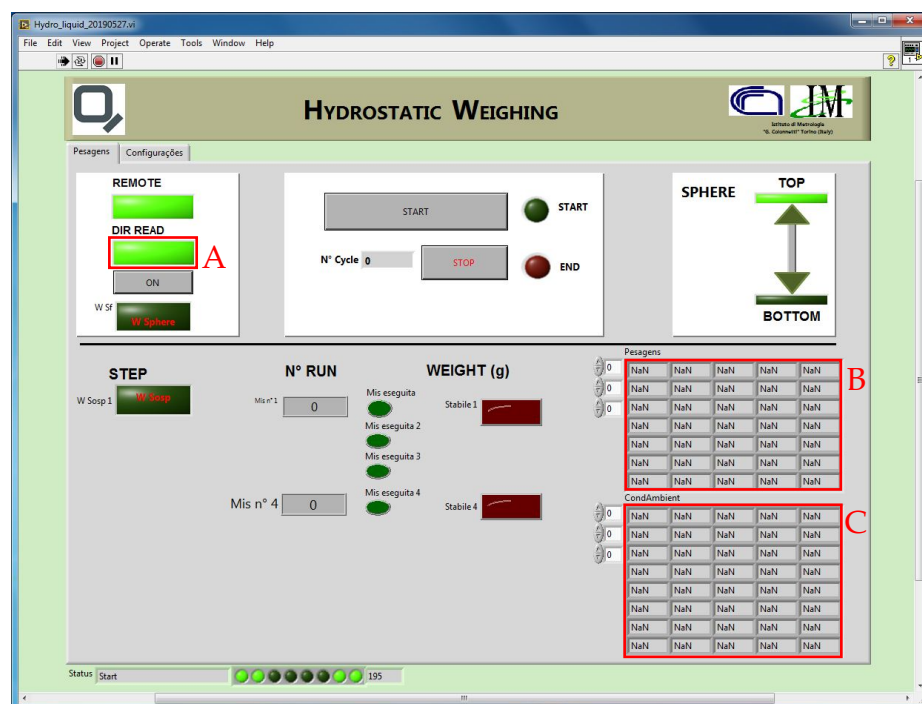


Figura 4.51: Programa em LabVIEW® do sistema de pesagem hidrostática do LPL executado no método de pesagem direta. Destaca-se a vermelho a luz de indicação do método de pesagem direta (A), bem como as matrizes que contemplam os dados de pesagens (B) e os dados das condições atmosféricas, da temperatura do líquido e do banho (C).

Após a realização de um ciclo de pesagem no método direto, abriu-se o ficheiro *.txt* de gravação de dados. Estes foram copiados de seguida para as folhas de cálculo elaboradas em Excel® para que o conjunto de massas padrão fosse escolhido. A **Tabela 4.10**, proveniente da folha de cálculo que recebe os dados do programa em LabVIEW®, é a responsável pela determinação do conjunto de massas a usar no ensaio corrente, correspondendo o valor de massa deste conjunto a uma majoração/minoração à unidade (grama) do valor da massa aparente da esfera como referido anteriormente.

Tabela 4.10: Determinação do conjunto de massas padrão de substituição a usar no ensaio (proveniente das folhas de cálculo elaboradas). Os valores apresentados na tabela provêm dos ensaios realizados à água ultrapura, sendo meramente ilustrativos.

Weighing Value of the Substitution Weights (to be used in the Substitution Method)			
Cycle Number	Sphere's Apparent Mass (Mean Value) [g]	Majorization [g]	Minorization [g]
1	133,7389	134	133
2	133,7388	134	133
3	133,7387	134	133
4	133,7387	134	133
5	133,7390	134	133

Posteriormente à escolha do conjunto de massas a usar no ensaio em questão, seleccionou-se no programa em LabVIEW® a pesagem pelo método da substituição, tendo sido realizados um total de 5 ciclos de pesagem. A **Figura 4.52** ilustra o programa configurado para o método da substituição, verificando-se assim que a luz verde abaixo de *DIR READ* se encontra apagada.

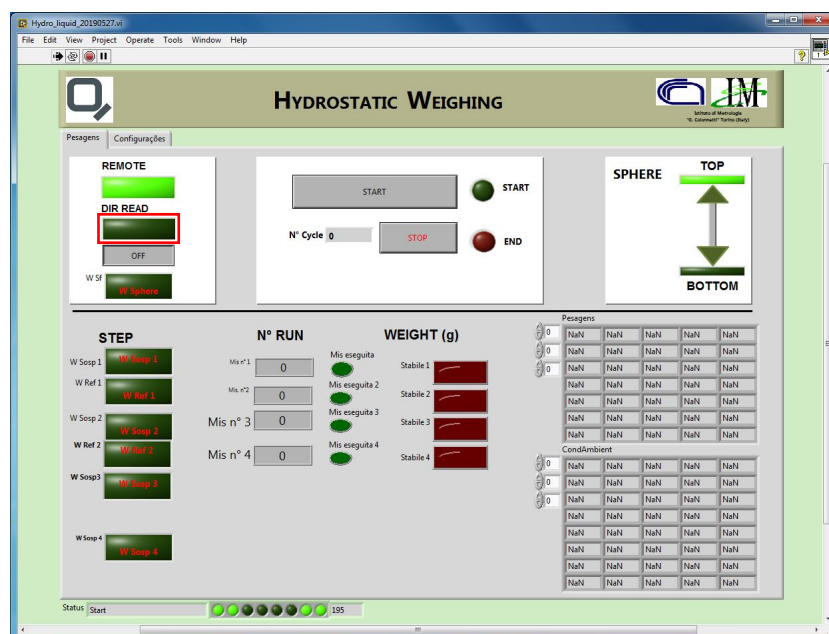


Figura 4.52: Programa em LabVIEW® do sistema de pesagem hidrostática do LPL executado no método de pesagem por substituição. Encontra-se destacado a vermelho a luz de indicação do método de pesagem direta, estando esta apagada.

Concluídos os 5 ciclos de pesagem pelo método da substituição, abriu-se novamente o ficheiro de registo de dados. Os dados provenientes destes ciclos foram copiados para as folhas em Excel® elaboradas, sendo posteriormente calculado para cada ciclo a massa volúmica do líquido ρ_{L_i} em questão e a sua respetiva incerteza expandida de medição U_i .

O valor final da massa volúmica ρ_L de um líquido a uma determinada temperatura de ensaio corresponde à média aritmética dos valores de massa volúmica ρ_{L_i} calculados para cada um dos 5 ciclos de pesagem pelo método da substituição, sendo este expresso pela equação (4.2).

$$\rho_L = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 \rho_{L_i} \quad (4.2)$$

No que diz respeito ao valor da incerteza expandida U associada à massa volúmica do líquido em teste, este resulta de uma média ponderada das incertezas expandidas U_i determinadas para cada ciclo de pesagem, tal como apresentado na equação (4.3).

$$U = \frac{\sum_{i=1}^5 \rho_{L_i} U_i}{\sum_{i=1}^5 \rho_{L_i}} \quad (4.3)$$

No fim da realização de ensaios a um determinado líquido, este é retirado do interior do reservatório com recurso a uma bomba peristáltica semelhante àquela representada na **Figura 4.53**.



Figura 4.53: Bomba peristáltica LongerPump BT600-2J usada no bombeamento do líquido de teste para o exterior do reservatório.

4.4.3. Densimetria de Tubo Vibrante

Após a realização de ensaios através do sistema de pesagem hidrostática, foram retiradas pequenas amostras dos líquidos em estudo no projeto 17RPT02 rhoLiq, neste

caso, água deuterada (1,5 % volume) e n-dodecano, para serem realizadas medições à sua massa volúmica recorrendo ao densímetro de tubo vibrante Anton Paar DMA 5000 existente no LPL. Deste modo, é possível comparar os valores de massa volúmica de cada líquido, determinados pelos métodos de 1º e 2º nível, possibilitando assim um estudo mais aprofundado sobre a validade dos resultados obtidos.

Porém, deve-se ter em consideração que as amostras poderão estar sujeitas a pequenas alterações nas suas propriedades durante todo o processo de manuseamento, podendo assim conduzir a discrepâncias, mais ou menos significativas, entre os resultados obtidos por estes dois métodos de medição. No pior dos casos, um exemplo prático que poderá potenciar a contaminação dos líquidos é a infiltração de água proveniente do banho no interior do reservatório durante um ensaio hidrostático. Apesar de todos os cuidados serem tomados aquando da realização de ensaios e manuseamento das amostras, nem sempre é possível conservá-las nas melhores condições, sendo sempre expectável que sejam observados ligeiros desvios nos resultados.

O densímetro de tubo vibrante foi sempre limpo e calibrado antes de serem realizadas medições. A sua calibração diária passa por realizar ensaios ao ar atmosférico e à água ultrapura (tipo I), considerando a massa volúmica destes fluidos padrão como referência para comparação com a massa volúmica dos líquidos de teste do projeto. Os valores de referência de massa volúmica do ar atmosférico são determinados pela fórmula da CIPM-2007 [15] e os valores de massa volúmica da água ultrapura são os estudados por M. Tanaka [2].



Figura 4.54: Realização de ensaios à água ultrapura (tipo I), através do densímetro de tubo vibrante Anton Paar DMA 5000, como procedimento de ajuste do equipamento.

Análise e Discussão de Resultados

Como referido nos capítulos anteriores, o trabalho realizado no LPL teve como principal objetivo a aplicação e otimização do sistema de pesagem hidrostática presente nas suas instalações.

Numa fase anterior à otimização do sistema, foram realizados ensaios hidrostáticos aos dois líquidos em estudo do projeto de investigação conjunta 17RPT02 rhoLiq. A comparação de resultados, provenientes de ensaios realizados com o sistema pré e pós-otimizado, foi efetuada recorrendo somente à água ultrapura (tipo I) como líquido de teste. Esta opção deveu-se ao facto de a água ultrapura ser um líquido em constante produção no LPL, através de um sistema comercial de osmose inversa Millipore®, evitando assim o risco de contaminação e potencial desperdício dos líquidos do projeto. Desta forma, foi possível proceder a uma validação mais fidedigna dos elementos projetados.

O mecanismo para a correção do efeito de menisco foi devidamente testado de modo a assegurar o seu correto funcionamento. Todavia, optou-se por não realizar ensaios com este mecanismo pelo facto de os requisitos funcionais e fenómenos físicos intrínsecos à sua aplicação carecerem de estudos mais aprofundados, que vão além dos objetivos inicialmente traçados para o presente trabalho. Logo, recorreu-se apenas ao mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão para a realização de ensaios com o sistema de pesagem hidrostática otimizado. O suporte da esfera com a argola incorporada foi também usado nesta fase final. Os benefícios que a implementação deste mecanismo introduziu no sistema apenas poderiam ser observados em maior detalhe através de uma comparação de resultados obtidos entre os ensaios realizados nas fases de pré e pós-otimização. Para além dos ensaios hidrostáticos efetuados a cada

líquido em estudo, foram também realizadas medições pelo densímetro de tubo vibrante para obter uma via de comparação face ao sistema de primeiro nível.

5.1. Resultados

5.1.1. Determinação da Massa Volúmica da Água Deuterada (1,5 % Vol.)

A água deuterada (1,5 % volume) foi o primeiro líquido a ser ensaiado no âmbito do projeto de investigação conjunta 17RPT02 rhoLiq. Como mencionado anteriormente, este líquido foi ensaiado a três temperaturas distintas: a 15 °C, 20 °C e 25 °C.

A massa volúmica da água deuterada foi também determinada recorrendo ao densímetro de tubo vibrante. Só assim é possível obter uma referência que auxilia na deteção de eventuais gralhas e inconsistências ao longo da execução dos ensaios hidrostáticos.

Os dados referentes aos ensaios realizados às três temperaturas à água deuterada, através do sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado e do densímetro de tubo vibrante, encontram-se evidenciados na **Tabela 5.1**. Estes dados são também apresentados graficamente nas figuras 5.1, 5.2 e 5.3, correspondendo, respetivamente, às temperaturas de referência de 15 °C, 20 °C e 25 °C, de forma a tornar mais nítidas as diferenças existentes entre si e facilitando a sua análise.

Tabela 5.1: Resultados da massa volúmica da água deuterada (1,5 % volume), medida pelo sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado e pelo densímetro de tubo vibrante, às temperaturas de referência t_0 de 15 °C, 20 °C e 25 °C.

ÁGUA DEUTERADA (1,5 % VOL.)	Massa volúmica $\rho_L(t_0, 101325 \text{ Pa}) \pm U [\text{kg/m}^3]$		
	Pesagem hidrostática		Densimetria de tubo vibrante
15 °C	MPS - 134 g	$1000,5798 \pm 0,0038$ ($k = 1,97$)	$1000,642 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)
20 °C	MPS - 134 g	$999,6998 \pm 0,0042$ ($k = 1,97$)	$999,744 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)
25 °C	MPS - 134 g	$998,5717 \pm 0,0046$ ($k = 1,97$)	$998,591 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)

Legenda: MPS - Massas Padrão de Substituição.

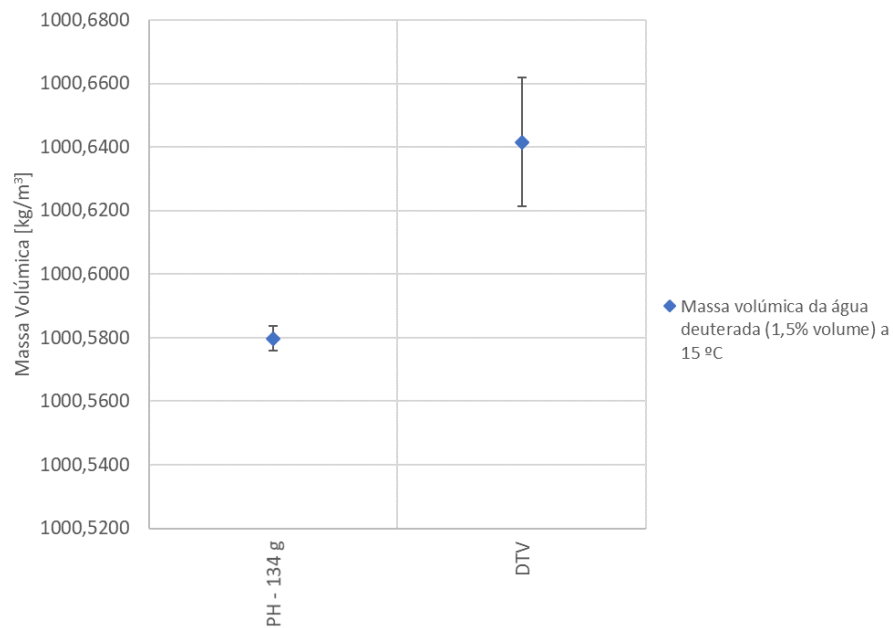


Figura 5.1: Gráfico da massa volúmica da água deuterada (1,5 % volume), a 15 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

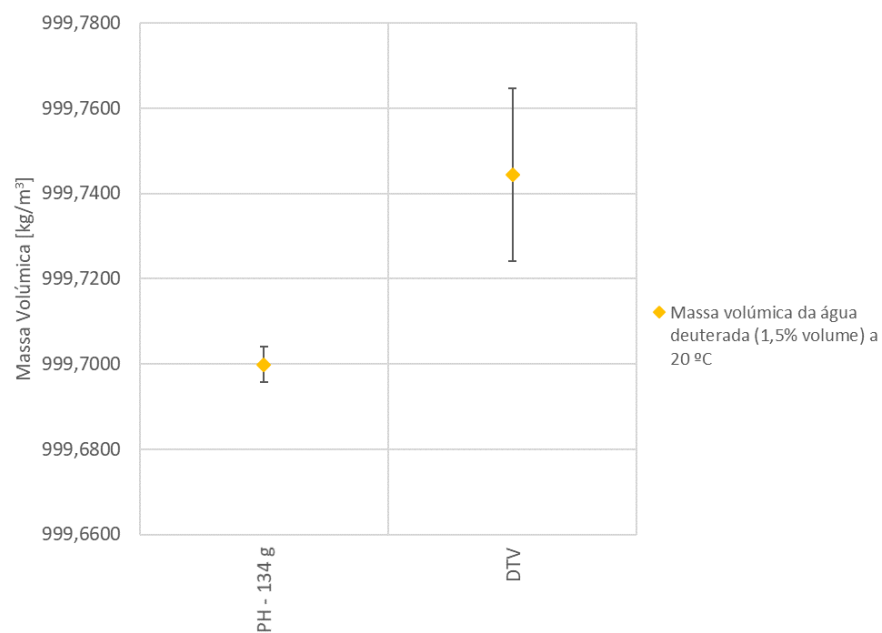


Figura 5.2: Gráfico da massa volúmica da água deuterada (1,5 % volume), a 20 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

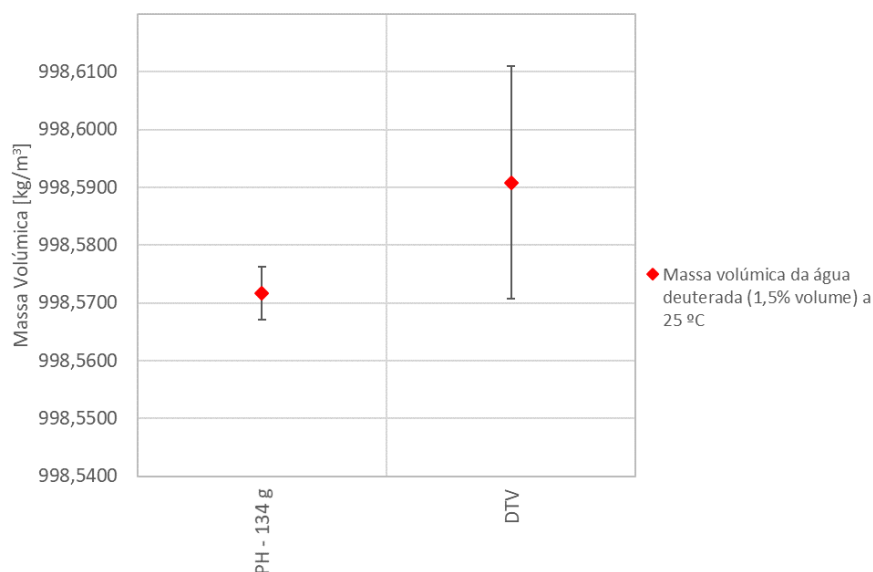


Figura 5.3: Gráfico da massa volúmica da água deuterada (1,5 % volume), a 25 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

5.1.2. Determinação da Massa Volúmica do n-Dodecano

O segundo e último líquido em estudo no âmbito do projeto 17RPT02 rhoLiq foi o n-dodecano, também ensaiado às temperaturas de referência de 15 °C, 20 °C e 25 °C.

De forma semelhante à água deuterada, foram levados a cabo ensaios a este líquido com o sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado e ainda com o densímetro de tubo vibrante pelos motivos previamente enunciados.

Na **Tabela 5.2** encontram-se listados os resultados das medições à massa volúmica do n-dodecano efetuadas através dos métodos de 1º e 2º nível. Nas figuras 5.4, 5.5 e 5.6 encontram-se representados os gráficos que ilustram os valores de massa volúmica registados às temperaturas de 15 °C, 20 °C e 25 °C, respetivamente, pelos dois diferentes sistemas de medição, bem como as respetivas barras verticais que correspondem à incerteza expandida associada a cada medição.

Tabela 5.2: Resultados da massa volúmica do n-dodecano, medida pelo sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado e pelo densímetro de tubo vibrante, às temperaturas de referência t_0 de 15 °C, 20 °C e 25 °C.

N-DODECANO	Massa volúmica		
	$\rho_L(t_0, 101325 \text{ Pa}) \pm U [\text{kg/m}^3]$		
	Pesagem hidrostática		Densimetria de tubo vibrante
15 °C	MPS - 158 g	$752,4031 \pm 0,0088$ ($k = 1,98$)	$752,391 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)
20 °C	MPS - 159 g	$748,7924 \pm 0,0088$ ($k = 1,98$)	$748,753 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)
25 °C	MPS - 159 g	$745,1791 \pm 0,0088$ ($k = 1,98$)	$745,128 \pm 0,020$ ($k = 2,01$)

Legenda: **MPS** - Massas Padrão de Substituição.

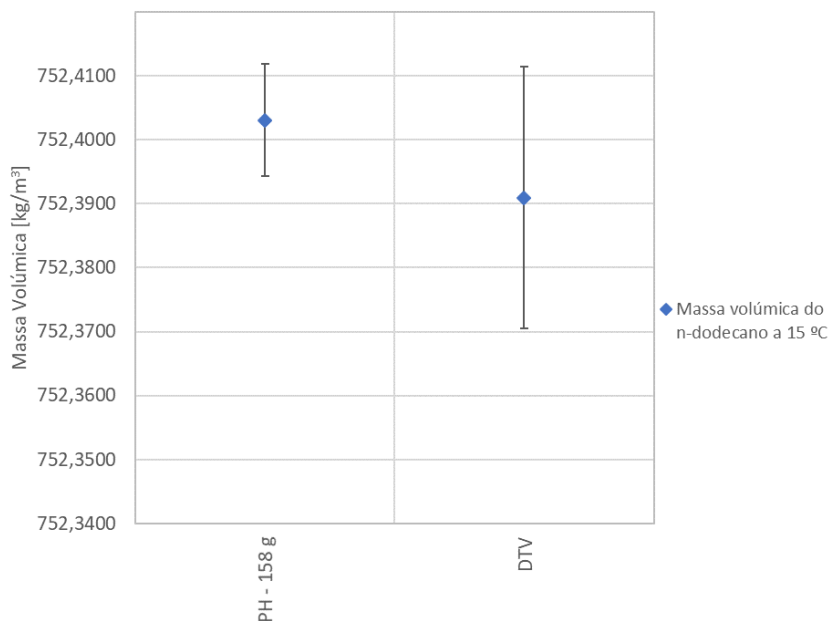


Figura 5.4: Gráfico da massa volúmica do n-dodecano, a 15 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

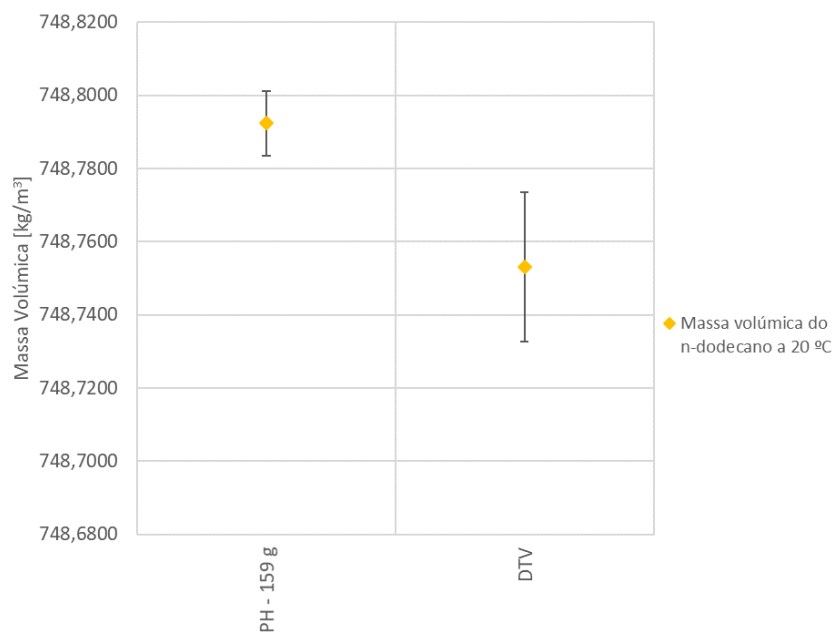


Figura 5.5: Gráfico da massa volúmica do n-dodecano, a 20 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

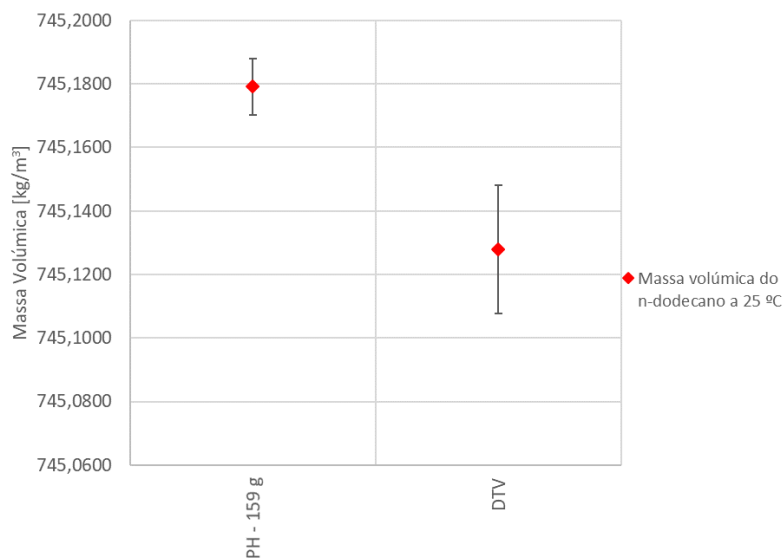


Figura 5.6: Gráfico da massa volúmica do n-dodecano, a 25 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) na fase de pré-otimização e densimetria de tubo vibrante (DTV). As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

5.1.3. Determinação da Massa Volúmica da Água Ultrapura (Tipo I)

Para permitir uma melhor compreensão relativamente ao contributo que a introdução dos novos mecanismos proporcionou ao sistema de pesagem hidrostática, efetuaram-se ensaios à água ultrapura (tipo I) antes e após a implementação destes mecanismos para que os valores obtidos fossem posteriormente comparados. O principal motivo que levou à escolha deste líquido de teste prendeu-se com o facto de ser um líquido cujas propriedades são bem conhecidas, nomeadamente, a sua massa volúmica. O ensaio foi realizado à temperatura de 20 °C, valor este estudado por M. Tanaka [2] e cuja massa volúmica e respetiva incerteza expandida de medição se encontram destacadas na **Tabela 5.3**.

Tabela 5.3: Tabela recomendada de massa volúmica para a água oceânica padrão degaseificada a 101325 Pa. A respetiva incerteza expandida ($k = 2$) está também incluída (adaptado de [2]). Destaca-se a vermelho as propriedades da água a 20 °C.

Temp./ °C	Density/ (kg m ⁻³)	Uncer- tainty/ (10 ⁻³ kg m ⁻³)
0	999.8428	0.84
1	999.9017	0.84
2	999.9429	0.84
3	999.9672	0.84
4	999.9749	0.84
5	999.9668	0.84
6	999.9431	0.84
7	999.9045	0.84
8	999.8513	0.83
9	999.7839	0.83
10	999.7027	0.83
11	999.6081	0.83
12	999.5005	0.83
13	999.3801	0.83
14	999.2474	0.83
15	999.1026	0.83
16	998.9459	0.83
17	998.7778	0.83
18	998.5984	0.83
19	998.4079	0.83
20	998.2067	0.83
21	997.9950	0.83
22	997.7730	0.83
23	997.5408	0.83

Os valores de massa volúmica obtidos para o líquido em questão através do sistema de pesagem hidrostática, antes e após a sua otimização, foram não só comparados com o valor registado por M. Tanaka como também com os valores medidos por densimetria de tubo vibrante. Na **Tabela 5.4** encontram-se listados os resultados obtidos para a água ultrapura através dos ensaios realizados pelos dois métodos distintos, antes e após a otimização, bem como o valor determinado por M. Tanaka para a temperatura de ensaio.

Tabela 5.4: Resultados da massa volúmica da água ultrapura (tipo I), a 20 °C, medida pelo sistema de pesagem hidrostática pré e pós-otimizado, pelo densímetro de tubo vibrante e o respetivo valor observado por M. Tanaka [2].

ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I)	Massa volúmica $\rho_L (20\text{ °C}, 101325\text{ Pa}) \pm U [\text{kg/m}^3]$	
	PH (MPS – 134 g)	DTV
Pré-otimização	998,2193 \pm 0,0042 ($k = 1,97$)	998,206 \pm 0,010 ($k = 2,01$)
Pós-otimização	998,2106 \pm 0,0132 ($k = 2,07$)	998,209 \pm 0,010 ($k = 2,01$)
Valor tabelado por M. Tanaka	998,2067 \pm 0,00083 ($k = 2$)	

Legenda: **PH** – Pesagem Hidrostática; **MPS** - Massas Padrão de Substituição; **DTV** – Densimetria de Tubo Vibrante.

A **Figura 5.7** ilustra graficamente a dispersão entre os valores de massa volúmica da água ultrapura, a 20 °C, obtidos pelos dois métodos de medição disponíveis no LPL e o valor registado por Tanaka.

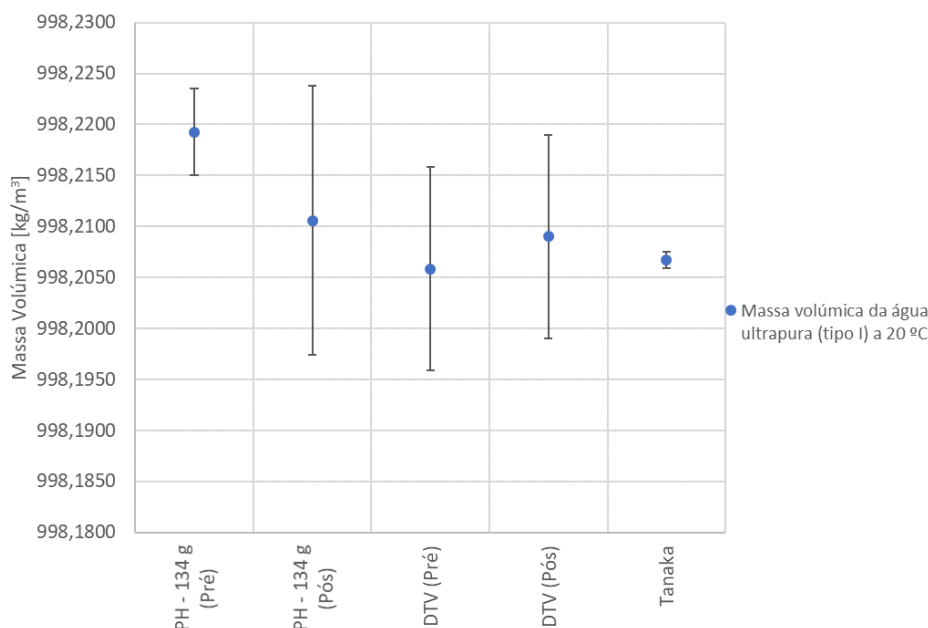


Figura 5.7: Gráfico da massa volúmica da água ultrapura (tipo I), a 20 °C, determinada experimentalmente pelos métodos de pesagem hidrostática (PH) pré e pós-otimizado, por densimetria de tubo vibrante (DTV) e o respetivo valor observado por M. Tanaka [2]. As barras verticais representam os valores da incerteza expandida associada a cada valor de massa volúmica determinada.

5.2. Discussão de Resultados

5.2.1. Água Deuterada (1,5 % Volume) e n-Dodecano

Como seria expectável, verificou-se que o valor de massa volúmica dos dois líquidos diminui à medida que a temperatura aumenta. Este fenómeno deve-se ao facto de o líquido expandir com um incremento de temperatura aumentando, por sua vez, o seu volume e resultando num menor valor de massa volúmica.

De modo a permitir uma comparação mais clara de resultados, elaborou-se a **Tabela 5.5** que apresenta o desvio relativo em massa volúmica δ_ρ , em partes por milhão (ppm), entre os resultados obtidos nos ensaios realizados pelos métodos de pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante aos dois líquidos em questão. Tomando o método da pesagem hidrostática como referência, o desvio relativo entre os dois métodos de medição é dado pela equação (5.1):

$$\delta_\rho = \left| \frac{\rho_{DTV} - \rho_{PH}}{\rho_{PH}} \right| \times 10^6 \quad (5.1)$$

onde ρ_{PH} e ρ_{DTV} são os valores de massa volúmica do líquido determinados por pesagem hidrostática e por densimetria de tubo vibrante, respetivamente. A parcela $|\rho_{DTV} - \rho_{PH}|$ também consta na mesma tabela para permitir uma melhor perceção dos desvios absolutos entre os dois métodos em kg/m³.

Tabela 5.5: Desvios absoluto e relativo, em massa volúmica, entre os resultados obtidos nos ensaios realizados por pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante à água deuterada (1,5 % volume) e ao n-dodecano, às temperaturas de referência t_0 de 15 °C, 20 °C e 25 °C.

Líquido	t_0 [°C]	$ \rho_{DTV} - \rho_{PH} $ [kg/m ³]	δ_ρ [ppm]
Água deuterada (1,5 % volume)	15	0,0622	62,2
	20	0,0442	44,2
	25	0,0193	19,3
n-Dodecano	15	0,0121	16,1
	20	0,0394	52,6
	25	0,0511	68,6

Para os dois líquidos do projeto, registaram-se desvios relativos entre os resultados de massa volúmica obtidos pelos dois métodos de medição entre 16 e 69 ppm.

Como mencionado anteriormente, as características do oscilador do densímetro de tubo vibrante (i.e., a sua frequência de ressonância) são determinadas através de ensaios ao ar e água ultrapura a 20 °C, considerando estes fluidos padrão como referência. Com os resultados destes ensaios, é assim determinada uma reta de ajuste que possibilita a medição da massa volúmica dos líquidos de teste a partir da frequência de oscilação da célula quando preenchida com o líquido em questão.

O facto de uma amostra de água ultrapura ser usada como líquido de referência para o ajuste do densímetro de tubo vibrante apresenta diversas implicações que poderão conduzir a uma divergência de resultados na massa volúmica entre este equipamento e o sistema de pesagem hidrostática. Estas divergências ocorrem caso a amostra de água ultrapura usada no ajuste do densímetro não possua uma massa volúmica semelhante ao valor de referência considerado ($\rho_{\text{água ultrapura}} = 998,2067 \text{ kg/m}^3$ a 20 °C). Os fatores que poderão provocar alterações na massa volúmica da amostra de água ultrapura usada no ajuste face ao valor de referência são:

- i) Desconhecimento da composição isotópica da amostra, nomeadamente dos rácios r_{18} e r_D (i.e., os rácios entre as substâncias $[^{18}\text{O}]/[^{16}\text{O}]$ e $[\text{D}]/[\text{H}]$, respetivamente [2]);
- ii) Saturação de gases na amostra não foi controlada no decorrer dos ensaios. A diferença em massa volúmica numa amostra de água totalmente desarejada face a uma saturada, entre 0 °C e 25 °C, é dada pela seguinte relação [2]:

$$\Delta\rho = s_0 + s_1 t \quad (5.2)$$

onde $s_0 = -4,612 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3$, $s_1 = 0,106 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \cdot ^\circ\text{C}$ e t é a temperatura de ensaio da amostra, em °C.

Para além da amostra de água ultrapura usada no ajuste do densímetro de tubo vibrante e devido às suas semelhanças físicas e químicas com este líquido, a massa volúmica da água deuterada pode também ser influenciada pela saturação de gases. A partir da equação (5.2), verificou-se que para um menor valor da temperatura de ensaio t , a variação em massa volúmica $\Delta\rho$ entre o líquido totalmente desarejado e saturado é maior. Os resultados de massa volúmica obtidos para a amostra de água deuterada por pesagem hidrostática apresentam exatamente esta tendência quando comparados com os resultados obtidos por DTV, isto é, existe um maior desvio nos resultados entre os dois métodos para menores temperaturas do líquido (para $t = 15 \text{ }^\circ\text{C}$, $\Delta\rho = -0,0030 \text{ kg/m}^3$ e

$$|\rho_{\text{água deut. DTV}} - \rho_{\text{água deut. PH}}| = 0,0622 \text{ kg/m}^3 \text{ (62,2 ppm)} \text{ e para } t = 25 \text{ }^\circ\text{C}, \Delta\rho = -0,0020 \text{ kg/m}^3 \text{ e } |\rho_{\text{água deut. DTV}} - \rho_{\text{água deut. PH}}| = 0,0193 \text{ kg/m}^3 \text{ (19,3 ppm)};$$

iii) Desconhecimento da composição química da amostra.

Outro fator que poderá eventualmente originar desvios entre os resultados obtidos pelos dois métodos de medição é a pressão total. No método de pesagem hidrostática, a pressão total influencia a massa volúmica do líquido através da contribuição da pressão hidrostática (para o cálculo do volume da esfera às condições de ensaio) e da pressão atmosférica (com contribuição residual para o volume da esfera, porém mais significativa para a compressão/expansão do líquido de teste). No método da DTV, a pressão atmosférica não é tão relevante dada a curta duração do ensaio (cerca de 1 min) e pelo comportamento do oscilador ser apenas influenciado por grandes variações de pressão. Dado que um ensaio hidrostático tem uma duração média de 2,5 h e uma vez que as condições de pressão atmosférica (bem como as de humidade relativa) não são passíveis de serem controladas no laboratório, constatou-se um desvio-padrão da média relativo de pressão atmosférica de cerca de 0,023 % no decorrer dos ensaios. Contudo, a este nível de incerteza, esta variação de pressão não se traduz numa variação significativa de massa volúmica do líquido.

As diferenças em massa volúmica dos líquidos ensaiados observadas entre os dois métodos podem também resultar de possíveis contaminações das amostras durante a sua manipulação (por exemplo, durante o enchimento/esvaziamento do reservatório de medição do sistema de pesagem hidrostática por meio das tubagens da bomba peristáltica).

Outro motivo que poderá ter levado à diferença registada nos resultados é o facto de a última calibração da esfera de silício ter sido realizada em 2012. Deste modo, qualquer alteração de massa (e, consequentemente, de volume) ocorrida até ao momento dos ensaios não foi contabilizada.

Comparando os dois métodos de medição a nível de incertezas, é natural que o sistema da pesagem hidrostática apresente medições à massa volúmica com um valor de incerteza expandida de uma ordem de grandeza inferior face aos valores associados ao densímetro de tubo vibrante. Este fenómeno deve-se ao facto de os dois métodos estarem hierarquizados em diferentes níveis de medição.

Outro indicador importante no que diz respeito à incerteza expandida associada à massa volúmica de cada líquido é a sua incerteza relativa U'_ρ . O seu valor é dado em ppm pelo quociente entre o valor absoluto da incerteza expandida, U , e o valor medido de massa volúmica que lhe corresponde, ρ_L , tal como expresso pela equação (5.3).

$$U'_{\rho} = \left| \frac{U}{\rho_L} \right| \times 10^6 \quad (5.3)$$

Os valores desta componente foram determinados para os dois líquidos em questão com base nos resultados obtidos às três temperaturas através dos ensaios realizados pelos métodos de pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante. Estes valores encontram-se listados na **Tabela 5.6**.

Tabela 5.6: Valores de incerteza relativa associada à massa volúmica da água deuterada (1,5 % volume) e do n-dodecano, medida pelos métodos de pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante, às temperaturas de referência t_0 de 15 °C, 20 °C e 25 °C.

Líquido	Incerteza relativa associada à massa volúmica do líquido U'_{ρ} [ppm]		
	t_0 [°C]	PH	DTV
Água deuterada (1,5 % volume)	15	3,8	20
	20	4,2	20
	25	4,6	20
n-Dodecano	15	11,7	26,6
	20	11,8	26,7
	25	11,8	26,8

Legenda: **PH** – Pesagem Hidrostática; **DTV** – Densimetria de Tubo Vibrante.

De uma forma geral, verificou-se uma maior incerteza relativa U'_{ρ} nos resultados obtidos para o n-dodecano comparativamente à água deuterada (em média, cerca de 1,3 vezes superior nas medições efetuadas pelo densímetro de tubo vibrante e 2,8 vezes superior na pesagem hidrostática). Este acontecimento deveu-se, sobretudo, ao facto de o coeficiente cúbico de expansão térmica do n-dodecano ($\gamma_{n-dodecano} = -0,73 \text{ kg/m}^3\text{.K}$) ser cerca de 3 vezes superior ao da água deuterada ($\gamma_{\text{água deut.}} = -0,26 \text{ kg/m}^3\text{.K}$ a 25 °C). Apesar de o coeficiente de compressibilidade isotérmica do n-dodecano ($k_{n-dodecano} = 80 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$) ser também superior ao da água deuterada ($k_{\text{água deut.}} = 47 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ a 15 °C), este denota um peso negligenciável na incerteza da massa volúmica do líquido face ao coeficiente cúbico de expansão térmica.

5.2.2. Água Ultrapura (Tipo I)

Como mencionado previamente, os ensaios realizados à água ultrapura tiveram como principal objetivo validar os novos elementos implementados no sistema de pe-

sagem hidrostática, nomeadamente, o mecanismo de movimentação das massas padrão de substituição e o suporte da esfera com a argola incorporada.

De forma análoga à discussão de resultados da água deuterada (1,5 % volume) e do n-dodecano, construiu-se a **Tabela 5.7** que apresenta os desvios absoluto e relativo, em massa volúmica, entre os resultados obtidos nos ensaios realizados pelos métodos de pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante à água ultrapura (tipo I). A pesagem hidrostática mantém-se como método de referência.

Tabela 5.7: Desvios absoluto e relativo, em massa volúmica, entre os resultados obtidos nos ensaios realizados por pesagem hidrostática e densimetria de tubo vibrante à água ultrapura (tipo I), à temperatura de 20 °C, nas fases de pré e pós-otimização.

ÁGUA ULTRAPURA (TIPO I)	$ \rho_{DTV} - \rho_{PH} $ [kg/m ³]	δ_ρ [ppm]
Pré-otimização	0,0133	13,3
Pós-otimização	0,0016	1,6

Comparando os resultados obtidos entre os dois métodos de medição, verificou-se uma menor diferença na massa volúmica do líquido na fase de pós-otimização ($|\rho_{\text{água ultrapura DTV}} - \rho_{\text{água ultrapura PH}}| = 0,0016 \text{ kg/m}^3$ (1,6 ppm)) relativamente à de pré-otimização ($|\rho_{\text{água ultrapura DTV}} - \rho_{\text{água ultrapura PH}}| = 0,0133 \text{ kg/m}^3$ (13,3 ppm)). Esta diferença pode dever-se ao facto de o densímetro de tubo vibrante, na fase de pré-otimização, ter sido ajustado através de uma amostra de água ultrapura considerando que esta possuía uma massa volúmica, a 20 °C, idêntica ao valor registado por M. Tanaka ($\rho_{\text{água ultrapura Tanaka}} = 998,2067 \text{ kg/m}^3$), enquanto na fase de pós-otimização o oscilador foi ajustado recorrendo ao ar atmosférico no momento do ensaio ($\rho_{ar} = 1,205 \text{ kg/m}^3$). Desta forma, a massa volúmica da amostra de água ultrapura usada no ajuste do densímetro nos ensaios de pré-otimização poderá ter divergido do valor sugerido por M. Tanaka, fenómeno este provocado por uma possível contaminação do líquido.

Já no que diz respeito à incerteza expandida associada às medições de massa volúmica do líquido, observou-se um valor cerca de 3 vezes superior no ensaio hidrostático após a otimização do sistema ($U_{\rho_L \text{ Pós-otimização}} = 0,0132 \text{ kg/m}^3$) quando comparado com o valor registado na fase de pré-otimização ($U_{\rho_L \text{ Pré-otimização}} = 0,0042 \text{ kg/m}^3$). Este aumento foi provocado por uma maior incerteza-padrão na repetibilidade das leituras da balança na fase de pós-otimização ($u_{W_{Sread} \text{ Pós-otimização}} = 2,94 \times 10^{-4} \text{ g}$, $u_{W_{Wread} \text{ Pós-otimização}} = 2,68 \times 10^{-4} \text{ g}$ e $u_{W_{Susp} \text{ Pós-otimização}} = 2,18 \times 10^{-4} \text{ g}$) quando comparada com a fase de pré-otimização ($u_{W_{Sread} \text{ Pré-otimização}} = 8,05 \times 10^{-5} \text{ g}$, $u_{W_{Wread} \text{ Pré-otimização}} = 4,01 \times 10^{-5} \text{ g}$ e $u_{W_{Susp} \text{ Pré-otimização}} = 2,85 \times 10^{-5} \text{ g}$). Este fator deve-se sobretudo à exposição do suporte e respetivas massas padrão a cor-

rentes de convecção e vibrações provenientes do banho, o que origina perturbações na estabilidade do conjunto e, por sua vez, leituras instáveis da balança. Por outro lado, verificou-se também uma incerteza-padrão de uma ordem de grandeza superior no valor de massa do conjunto de massas padrão de substituição no ensaio de pós-otimização ($u_{W_W \text{ Pós-otimização}} = 1,67 \times 10^{-4}$ g) face ao valor registado no ensaio de pré-otimização ($u_{W_W \text{ Pré-otimização}} = 3,03 \times 10^{-5}$ g). Este fenómeno deveu-se ao facto de as massas padrão usadas no ensaio de pré-otimização (conjunto de massas cilíndricas Mettler Toledo) serem diferentes daquelas usadas no de pós-otimização (conjunto de massas em forma de disco Häfner). Apesar de ambos os conjuntos pertencerem à classe OIML E2, a incerteza-padrão associada à massa volúmica das massas cilíndricas usadas no ensaio de pré-otimização é $u_{\rho_W} = 9,3 \text{ kg/m}^3$, enquanto a incerteza das massas em forma de disco usadas na fase de pós-otimização é $u_{\rho_W} = 67,1 \text{ kg/m}^3$. Estes valores de incerteza foram calculados com base nos valores de incerteza que constam nos certificados de calibração das respetivas massas, cedidos pelos fabricantes. No entanto, é importante realçar que a incerteza-padrão associada à repetibilidade da balança apresenta uma maior contribuição para a incerteza expandida do líquido face à incerteza associada à massa volúmica do conjunto de massas padrão de substituição.

De modo a possibilitar uma comparação mais detalhada das componentes x_i que contribuíram para a incerteza expandida associada à massa volúmica da água ultrapura nos dois ensaios, construíram-se três tabelas que acompanham a dissertação no **Anexo A4**. Estas tabelas contemplam não só os valores de incerteza-padrão $u(x_i)$ associados a constantes físicas e parâmetros instrumentais (tabela **A4.1**), mas também os valores de incerteza associados a todas as grandezas de entrada que permitem calcular a massa volúmica do líquido, para o ensaio de pré (tabela **A4.2**) e pós-otimização do sistema de pesagem hidrostática (tabela **A4.3**).

Outro fenómeno que se registou após a implementação do mecanismo de movimentação das massas padrão foi uma rotação do suporte das massas em vazio em torno do seu apoio, i.e., o gancho superior de ligação à balança, devido a um desalinhamento entre o centro de massa (C.M.) deste componente e o seu ponto de apoio. Uma solução temporária para colmatar esta gralha de projeto consistiu em colocar duas massas em cada um dos lados do suporte (**Figura 5.8**). Esta solução conferiu ao suporte o alinhamento necessário entre as suas ranhuras e os dentes do garfo para garantir o bom funcionamento do mecanismo. No entanto, poderá ainda existir um ligeiro desalinhamento entre o C.M. do suporte em vazio e o seu ponto de apoio, o que resultaria numa ligeira rotação deste elemento em relação à sua posição de funcionamento e, conseqüentemente, em oscilações indesejadas que provocariam uma instabilidade nas leituras da balança.



Figura 5.8: À esquerda – suporte das massas padrão equipado com duas massas em cada lado; à direita – suporte modificado instalado na sua posição de funcionamento. É possível observar na imagem da direita o paralelismo entre o suporte e o garfo.

Outra modificação efetuada ao sistema de pesagem hidrostática após a sua otimização foi a instalação dos sensores de pressão, temperatura e humidade relativa do ar atmosférico na zona de atuação do mecanismo de movimentação das massas padrão. Esta alteração foi mandatória pois o ar nesta região que impulsiona as massas e o respetivo suporte apresenta características diferentes do ar que se encontra no interior da campânula da balança devido à sua proximidade com o banho. Dado que a zona de atuação do mecanismo se encontra desprotegida do meio circundante, pode ocorrer uma maior variação nas condições do ar atmosférico nesta zona, o que se traduziria numa maior dispersão de medições a esta componente e, por sua vez, numa maior incerteza de repetibilidade. No entanto, verificou-se que o valor desta componente de incerteza foi ligeiramente inferior na fase de pós-otimização do sistema.

Conclusões e Trabalhos Futuros

6.1. Considerações Finais

A determinação da massa volúmica de líquidos através do método da pesagem hidrostática é um processo bastante minucioso e com um elevado grau de complexidade. Este método apenas pode ser realizado em determinadas condições ambientais que garantem a validade de equações previamente enunciadas. As condições do ar atmosférico restringem também as gamas permissíveis de operação dos instrumentos de medição e da utilização das massas padrão.

Um sistema de pesagem hidrostática é constituído por diversos componentes e instrumentos de medição que deverão ser devidamente calibrados por forma a garantir resultados mais próximos da realidade e com o menor nível de incerteza possível. Só desta maneira é possível assegurar que as medições efetuadas na aplicação do método sejam rastreáveis ao SI.

No que diz respeito aos ensaios hidrostáticos realizados à água deuterada (1,5 % volume), constatou-se que o valor máximo da incerteza expandida associada às medições da sua massa volúmica encontra-se no intervalo inicialmente definido nos objetivos do projeto rhoLiq ($U_{máx} = 0,0046 \in [0,002; 0,005] \text{ kg/m}^3$). Já para o caso do n-dodecano, o valor máximo registado foi de $U_{máx} = 0,0088 \text{ kg/m}^3$, encontrando-se ligeiramente fora dos valores pretendidos por motivos enunciados anteriormente. Quanto aos ensaios realizados por DTV em ambos os líquidos, registou-se um valor máximo de incerteza expandida de $U_{máx} = 0,020 \text{ kg/m}^3$, estando este valor dentro do intervalo definido para este método de medição ($U = [0,010; 0,050] \text{ kg/m}^3$). Logo, pode-se afirmar

que, de uma forma geral, os objetivos inicialmente traçados pelo projeto foram cumpridos com sucesso.

Relativamente aos ensaios realizados à água ultrapura através do sistema de pesagem hidrostática otimizado, registou-se um aumento ao nível da incerteza maioritariamente devido à exposição do conjunto de massas padrão a correntes de convecção. Porém, o mecanismo automatizado de movimentação das massas padrão foi implementado com sucesso no sistema de pesagem hidrostática, inculcando-lhe diversos benefícios como a minimização do tempo de ensaio, a facilitação do trabalho por parte do operador e ainda uma melhor estabilização do ar atmosférico na zona de pesagem. O facto de o mecanismo ser desmontável possibilita ainda uma maior flexibilidade na sua manutenção e na conceção de modificações futuras.

No decorrer do trabalho desenvolvido no LPL, foi ainda projetado um mecanismo automatizado para a correção do efeito de menisco. Contudo, este mecanismo foi apenas testado, devendo futuramente ser estudado e implementado no sistema de pesagem hidrostática.

Em suma, os objetivos inicialmente traçados para a presente dissertação foram cumpridos com êxito, sendo o processo de otimização do sistema de pesagem hidrostática do LPL uma tarefa contínua.

6.2. Na Perspetiva de Trabalhos Futuros

No decorrer dos ensaios realizados no LPL, nomeadamente após a otimização do sistema de pesagem hidrostática, enfrentaram-se alguns obstáculos que dificultaram a execução dos ensaios. Para a realização de trabalhos futuros no âmbito da determinação da massa volúmica de líquidos usando este equipamento, apresentam-se de seguida algumas sugestões que poderão ajudar a ultrapassar as adversidades encontradas:

- Deverá ser projetada uma campânula para cobrir a zona de atuação do mecanismo de movimentação das massas padrão. Este elemento evita assim que correntes de convecção térmica provenientes do banho afetem o conjunto de massas padrão e o seu respetivo suporte. A existência desta campânula promove ainda uma melhor estabilidade das condições do ar atmosférico no seu interior, conduzindo assim a uma diminuição da incerteza de repetibilidade associada às medições de pressão, temperatura e humidade relati-

va. Em alternativa, poder-se-á projetar um andar na estrutura de apoio da balança exclusivamente dedicado à zona de atuação deste mecanismo;

- O mecanismo para a correção do efeito de menisco deverá ser validado e implementado no sistema de pesagem hidrostática. O trabalho deverá começar pelo estudo da altura necessária de elevação da superfície livre do líquido no interior do balão para compensar na totalidade a altura do menisco formado. É também relevante idealizar um método que facilite o nivelamento da superfície livre do líquido no interior do reservatório de medição com a superfície do líquido no interior do balão, garantindo assim o equilíbrio hidrostático do sistema. Outro parâmetro que também carece de um estudo mais aprofundado é o tempo necessário à estabilização da superfície livre do líquido no interior do reservatório;
- Projetar um suporte para as massas padrão, de dimensões gerais semelhantes às do atual, cujas características geométricas permitam o alinhamento do seu C.M. com o seu respetivo apoio (ou seja, o gancho de ligação à balança). Desta forma, o momento que o peso do suporte, aplicado no seu C.M., provoca em torno do seu apoio será nulo, conduzindo a que este elemento se mantenha nivelado e garantindo o bom funcionamento do mecanismo de movimentação das massas padrão. Uma alternativa menos dispendiosa poderá passar por soldar um contrapeso em cada um dos lados do suporte de valor de massa semelhante ao conjunto de porcas M10 usado como solução temporária;
- O manuseamento dos líquidos de teste deverá ser efetuado de forma muito cuidadosa para evitar a sua contaminação, com especial atenção ao processo de enchimento/esvaziamento do reservatório de medição;
- É recomendada a determinação da composição isotópica da água ultrapura usada como líquido padrão no ajuste do densímetro de tubo vibrante. Para tal, deverá ser adquirido um equipamento para o efeito.

Referências Bibliográficas

- [1] <http://www.rholiq.org/about-rholiq> (acedido a 3 fevereiro 2019).
- [2] Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A. and Bignell, N. (2001), "Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports", Metrologia, Vol. 38, pp. 301-309.
- [3] <http://www1.ipq.pt/PT/SPQ/Pages/SPQ.aspx> (acedido a 14 julho 2019).
- [4] <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/Pages/IPQ.aspx> (acedido a 14 julho 2019).
- [5] HOWARTH, P., REDGRAVE, F. (2008), Metrology – In Short, 3rd Edition, EURAMET Project 1011, Copenhagen.
- [6] <https://www.servimetro.pt/curiosidades/o-que-e-a-metrologia-cientifica> (acedido a 5 fevereiro 2019).
- [7] <https://www.servimetro.pt/curiosidades/o-que-e-a-metrologia-aplicada-ou-industrial> (acedido a 5 fevereiro 2019).
- [8] <https://www.servimetro.pt/curiosidades/o-que-e-a-metrologia-legal> (acedido a 16 julho 2019).
- [9] GUPTA, S.V. (2002), Practical Density Measurement and Hydrometry, IOP Publishing, London.
- [10] BIPM (2019), The International System of Units (SI), 9th edition, BIPM, Sèvres.
- [11] <https://www.bipm.org/en/si-download-area/graphics-files.html#> (acedido a 22 agosto 2019).

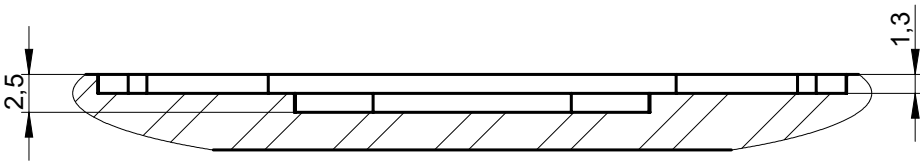
- [12] <https://physics.weber.edu/carroll/archimedes/principle.htm> (acedido a 6 fevereiro 2019).
- [13] Furtado, A. and Wolf, H. (2018), "Guideline on liquid density measurement using a hydrostatic weighing apparatus", IPQ and PTB.
- [14] Fehlauser, H. and Wolf, H. (2006), "Density reference liquids certified by the Physikalisch-Technische Bundesanstalt", Meas. Sci. Technol., Vol. 17, pp. 2588–2592.
- [15] Picard, A., Davis, R.S., Gläser, M. and Fujii, K. (2008), "Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007)", Metrologia, Vol. 45, pp. 149–155.
- [16] OIML (2004), International Recommendation OIML R 111-1, OIML, Paris.
- [17] <https://metrologiaemedicoes.wordpress.com/2017/11/20/6-3propriedades-dos-instrumentos-de-medicao/> (acedido a 6 fevereiro 2019).
- [18] LIDE, David R. (2009), CRC Handbook of Chemistry and Physics, 89th Edition (Internet Version 2009), CRC Press/Taylor and Francis, Florida.
- [19] Okaji, M. (1988), "Absolute Thermal Expansion Measurements of Single-Crystal Silicon in the Range 300-1300 K with an Interferometric Dilatometer", International Journal of Thermophysics, Vol. 9, No. 6, pp. 1101-1109.
- [20] Tanaka, M. and Peuto, A. (1994), "Density of Silicon Crystals", Metrologia, Vol. 31, pp. 219-230.
- [21] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML (1993), International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, International Organization for Standardization, Geneva.
- [22] [https://en.wikipedia.org/wiki/Meniscus_\(liquid\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Meniscus_(liquid)) (acedido a 15 março 2019).
- [23] https://en.wikipedia.org/wiki/Surface_tension (acedido a 15 março 2019).
- [24] <https://water.usgs.gov/edu/capillaryaction.html> (acedido a 15 março 2019).
- [25] CETIAT/MOP (2012), Estimation Incertitude, CETIAT, Villeurbanne.
- [26] <https://metrologiaemedicoes.wordpress.com/erros-de-medicao/> (acedido a 17 março 2019).
- [27] ELLISON, S.L.R., ROSSLEIN, M. and WILLIAMS, A. (2000), Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, EURACHEM/CITAC.
- [28] ISO, BIPM, IEC, IFCC, IUPAC, ILAC, OIML, IUPAP (2008), Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement, International Organization for Standardization, Geneva.

- [29] IPAC/IPQ (2015), Avaliação da Incerteza de Medição em Calibração, Instituto Português da Acreditação, Caparica.
- [30] RM RS (2013), RM68 – Incerteza de Medição: Guia Prático do Avaliador de Laboratórios (Revisão: 05), Rede Metrológica RS.
- [31] Campilho, A., “A Medição e o Erro de Medição”, disponível em: <https://web.fe.up.pt/~campilho/IM/NOTES/cap1.pdf> (acedido a 24 março 2019).
- [32] <https://www.inf.ufsc.br/~andre.zibetti/probabilidade/normal.html> (acedido a 25 março 2019).
- [33] <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=50f320bd1daf4fa7965448c30d3114ad&ckck=1> (acedido a 19 maio 2019).
- [34] CUNHA, Luís Veiga (2016), Desenho Técnico, 16ª Edição, FUNDAÇÃO CALOUSTE GULBENKIAN, Lisboa.
- [35] <https://www.igus.pt/info/drive-technology-electric-linear-axes> (acedido a 25 maio 2019).
- [36] <https://www.electrofun.pt/impressoras-3d/driver-motor-de-passo-tb6600-para-cnc> (acedido a 10 junho 2019).
- [37] <https://www.electrofun.pt/arduino/arduino-uno> (acedido a 10 junho 2019).
- [38] RAUCH, J. (2019), Technical Protocol for the 17RPT02 rhoLiq Project – Diagnostic Density Measurement Comparison by Hydrostatic Weighing, PTB, Braunschweig.

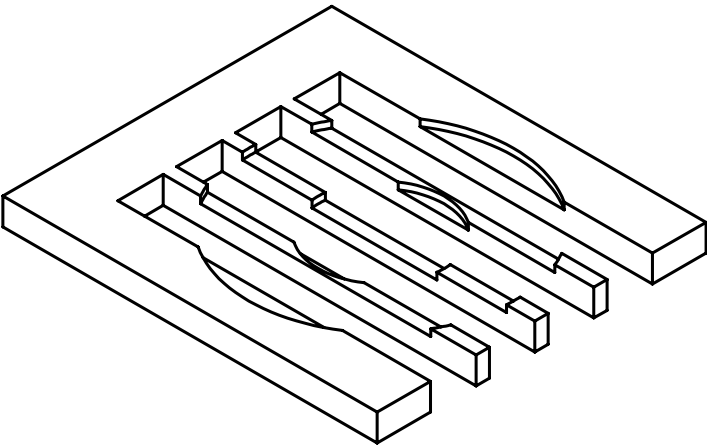
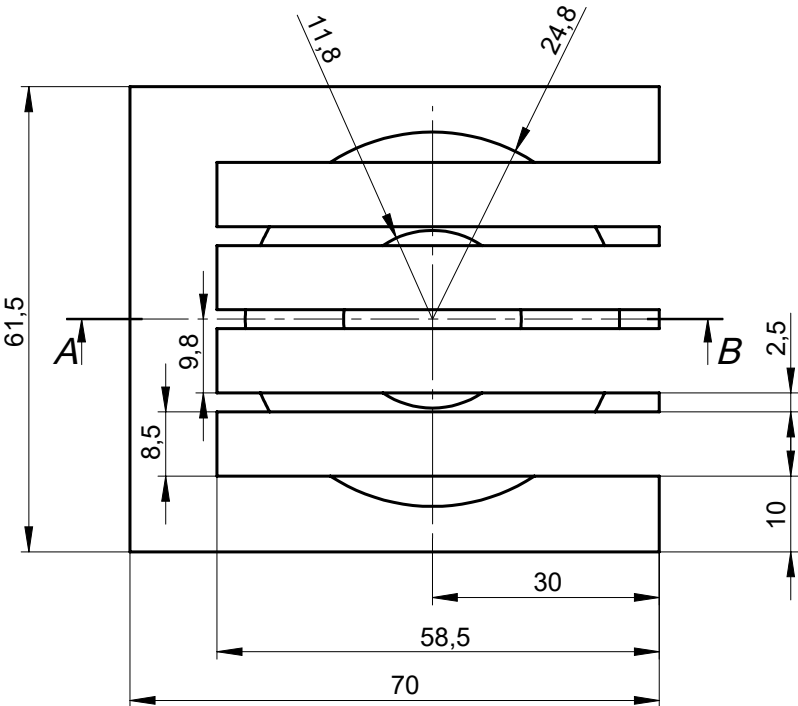
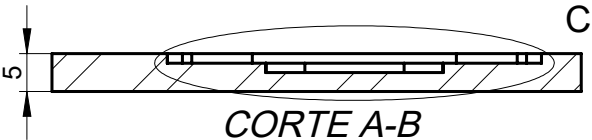
Anexos

A1 – Desenhos Técnicos das Peças Projetadas

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			

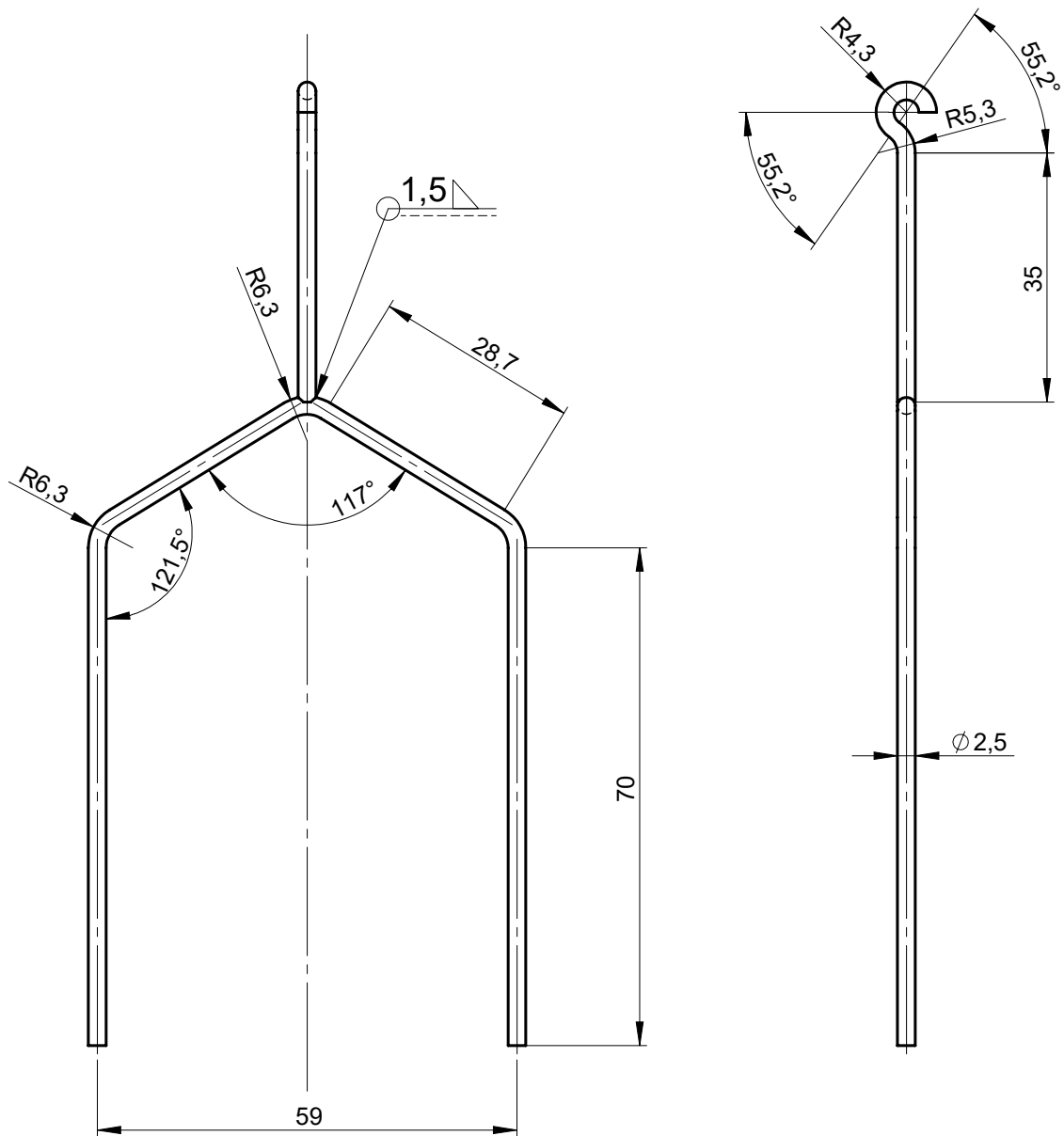


PORMENOR C
ESCALA 2 : 1

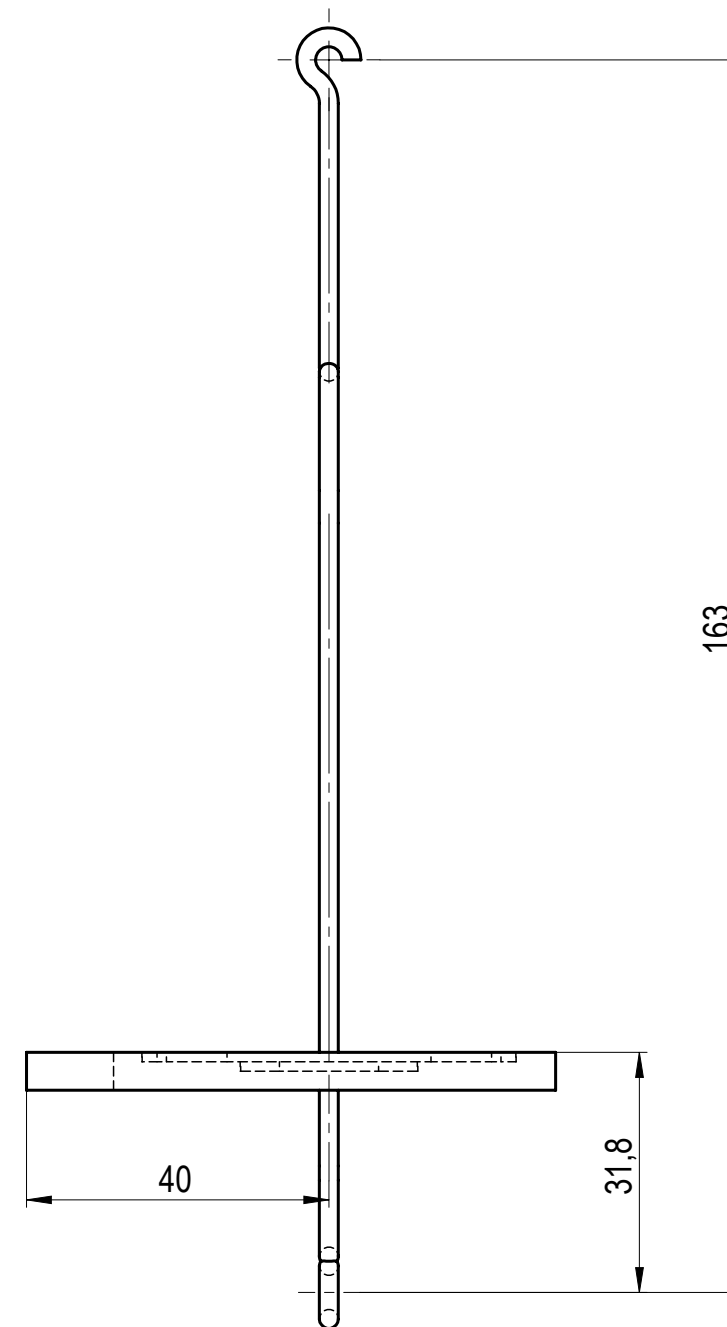
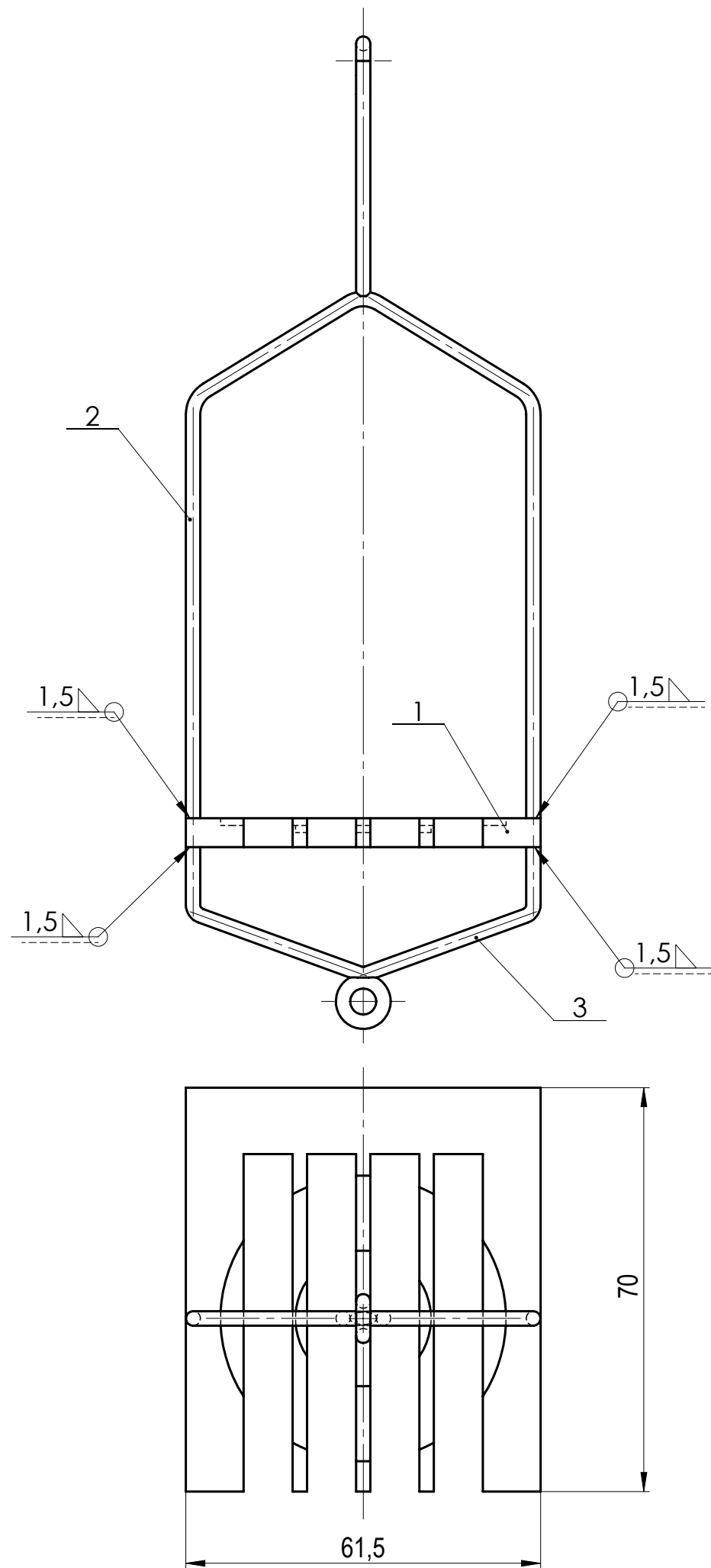


	1:1	BASE MASSAS PADRÃO	A1.1
	Toleran. NP-265 Médio		

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			

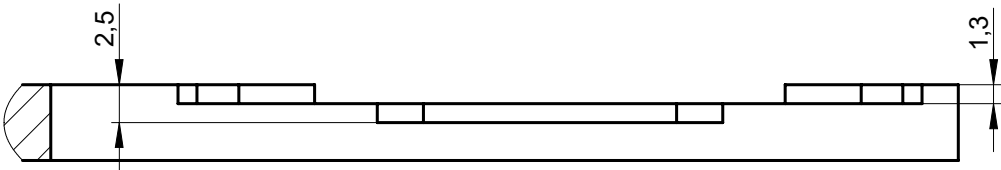


Obs: Arame com secção de diâmetro constante igual a 2,5 mm.	1:1	LIGAÇÃO SUPERIOR	A1.2
	Toleran. NP-265 Médio		

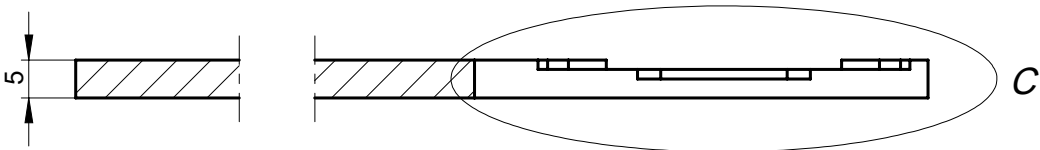


1	LIGAÇÃO INFERIOR	A1.3	AISI 316	3		0,0042	
1	LIGAÇÃO SUPERIOR	A1.2	AISI 316	2		0,0104	
1	BASE MASSAS PADRÃO	A1.1	AISI 316	1		0,0868	
Nº	DESIGNAÇÃO	Nº DA NORMA Nº DO DESENHO	MATERIAL	Nº REF.	PRODUTO SEMI ACABADO Nº DO MOLDE Nº DA MATRIZ	PESO	OBSERVAÇÕES
			PROJ. 17/04/19		FCT/UNL - DEMI		
			DES. 17/04/19				
			VERIF. 17/04/19				
			1:1	SUPORTE MASSAS PADRÃO			A1.4
			Toleran. NP-265 Médio				

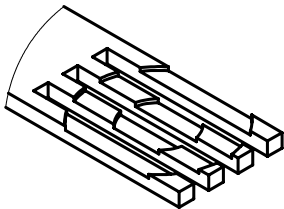
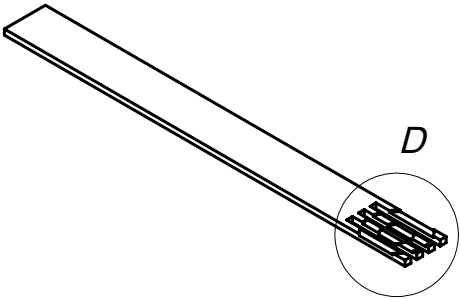
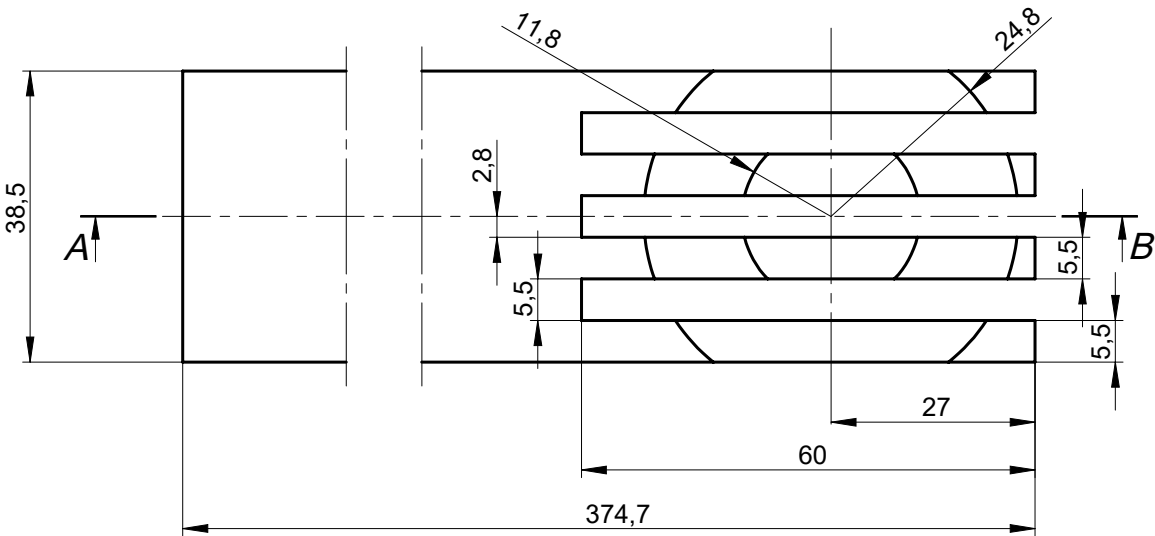
PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			



PORMENOR C
ESCALA 2 : 1



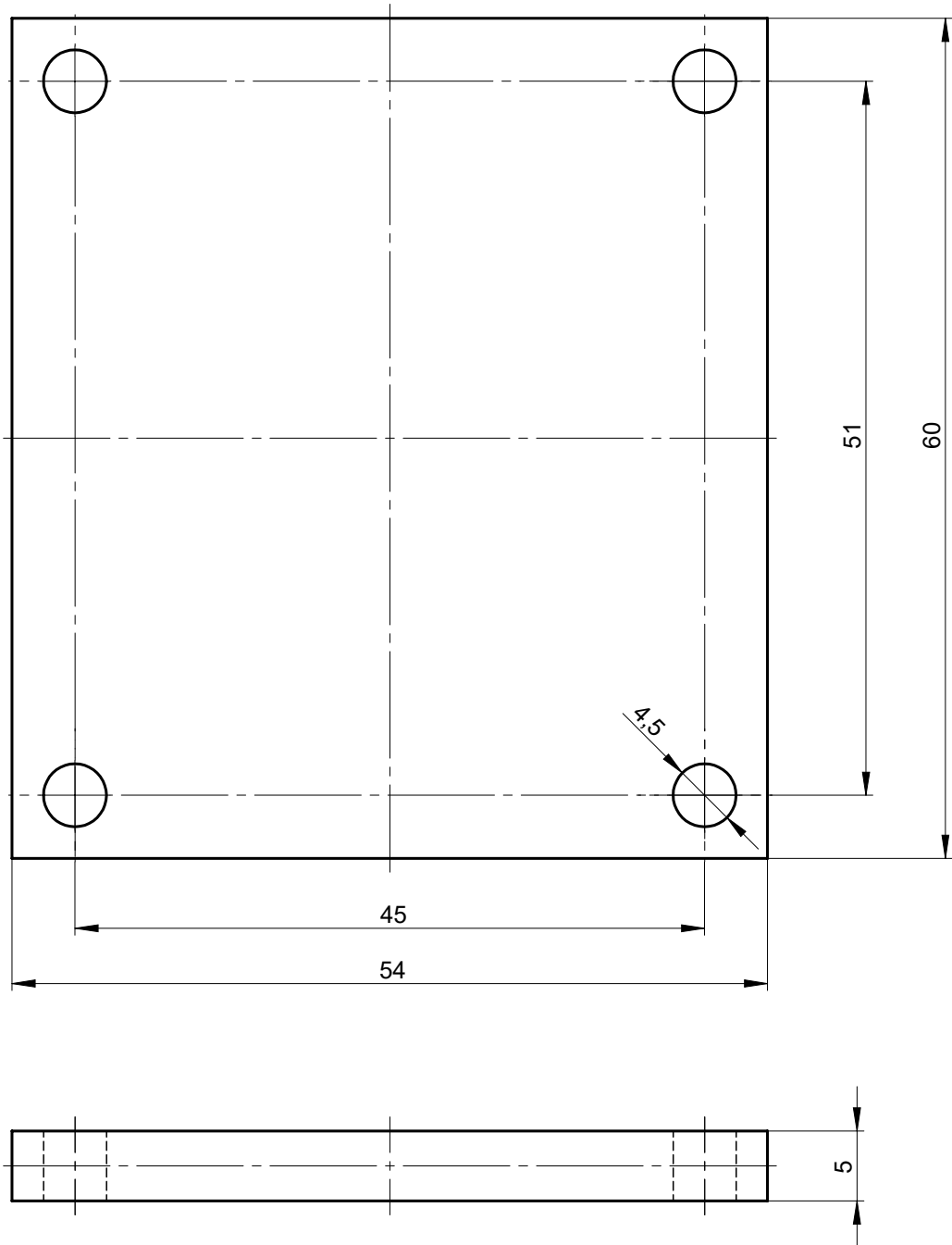
CORTE A-B



PORMENOR D
ESCALA 1 : 2

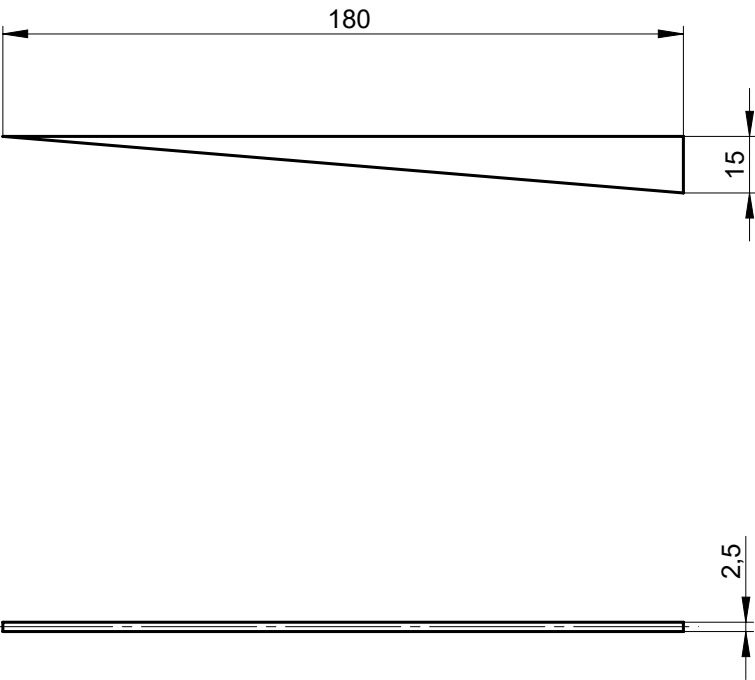
	1:1	BRAÇO	A1.5
	Toleran. NP-265 Médio		

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			

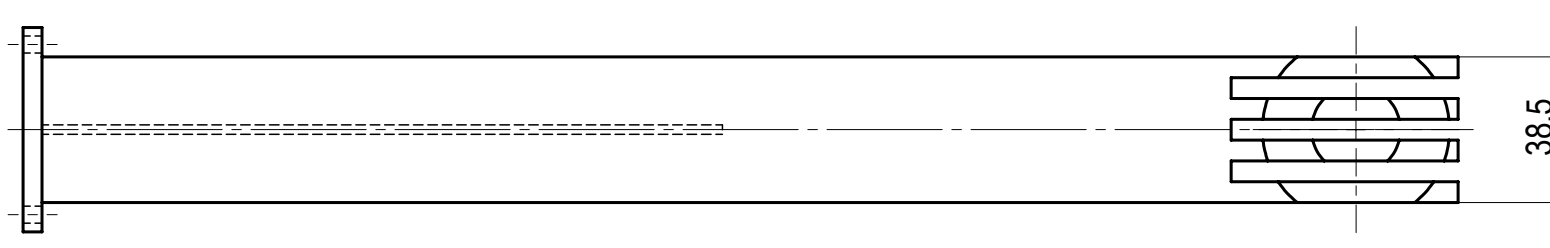
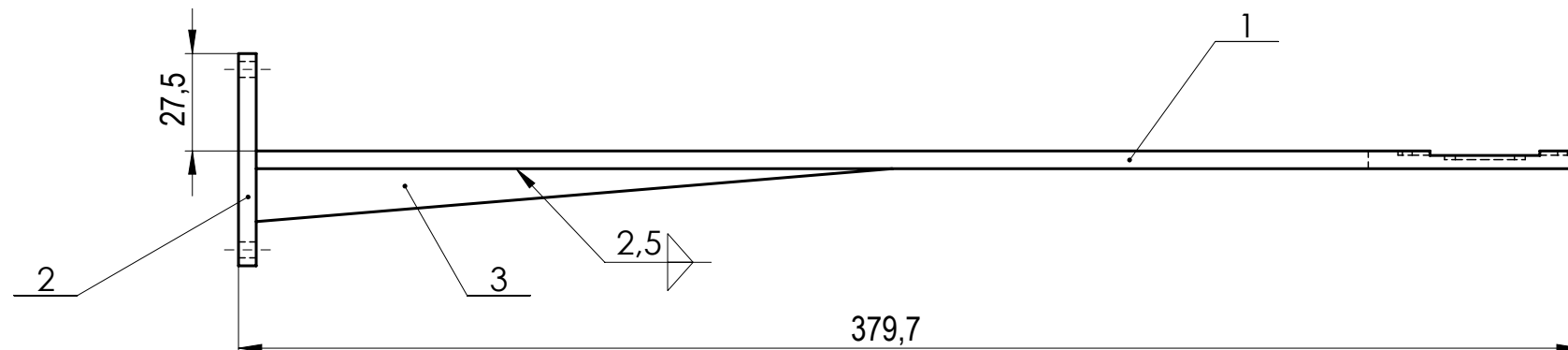
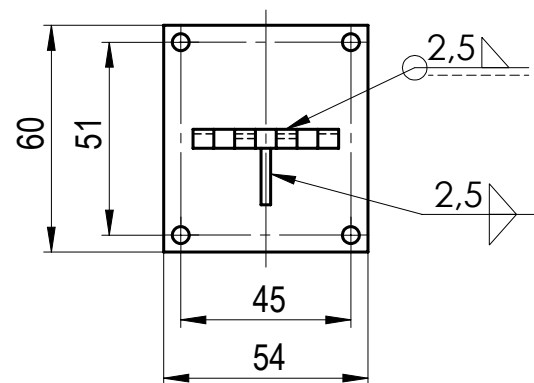


	2:1	CHAPA FIXAÇÃO	A1.6
	Toleran. NP-265 Médio		

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			

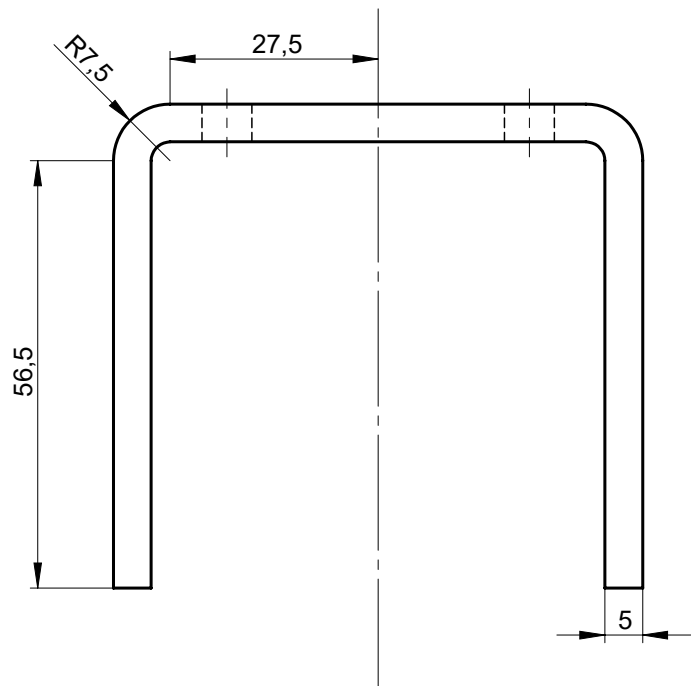
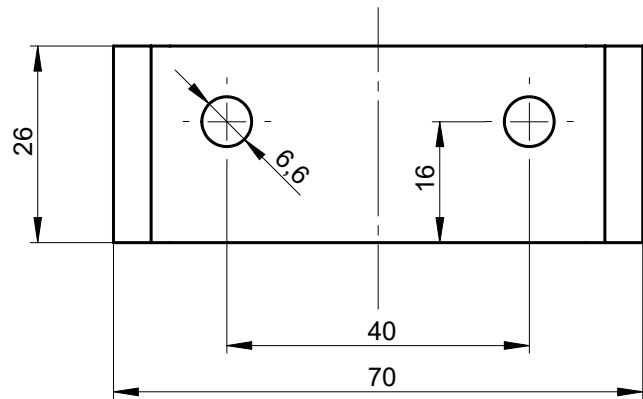


	1:2	NERVURA GARFO	A1.7					
	Toleran. NP-265 Médio							



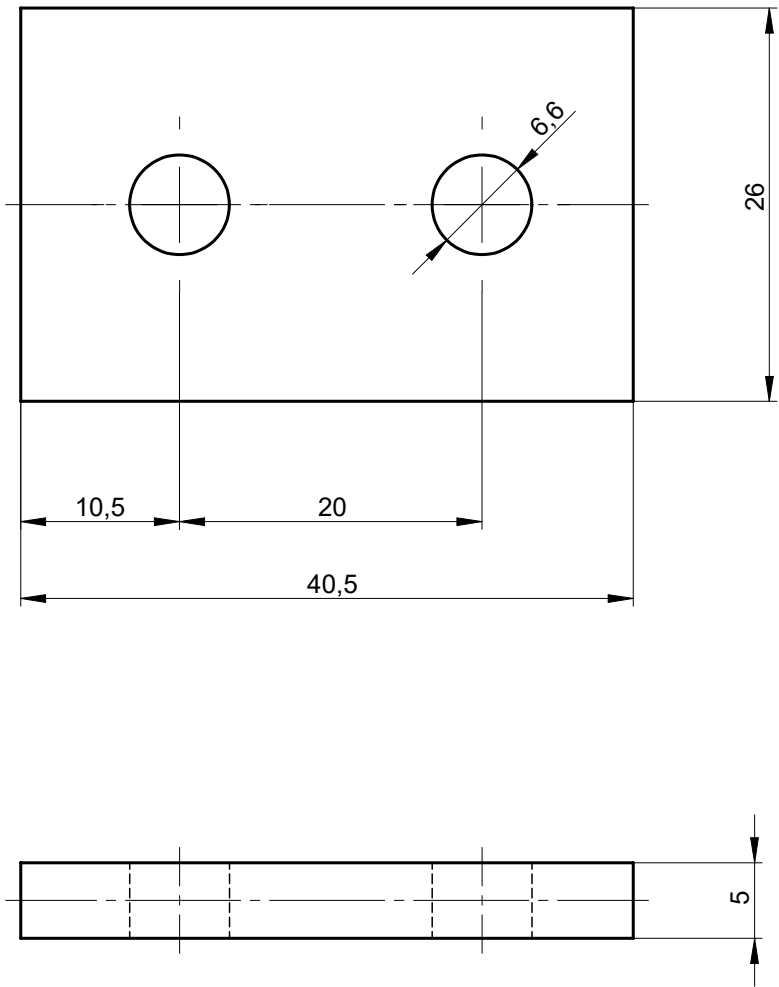
1	NERVURA GARFO	A1.7	AISI 316	3		0,027	
1	CHAPA FIXAÇÃO	A1.6	AISI 316	2		0,1271	
1	BRAÇO	A1.5	AISI 316	1		0,5258	
Nº	DESIGNAÇÃO	Nº DA NORMA Nº DO DESENHO	MATERIAL	Nº REF.	PRODUTO SEMI ACABADO Nº DO MOLDE Nº DA MATRIZ	PESO	OBSERVAÇÕES
		PROJ.	17/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES	
		DES.	17/04/19				
		VERIF.	17/04/19				
		1:2	GARFO			A1.8	
		Toleran. NP-265 Médio					

PROJ.	19/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	19/04/19			
VERIF.	19/04/19			

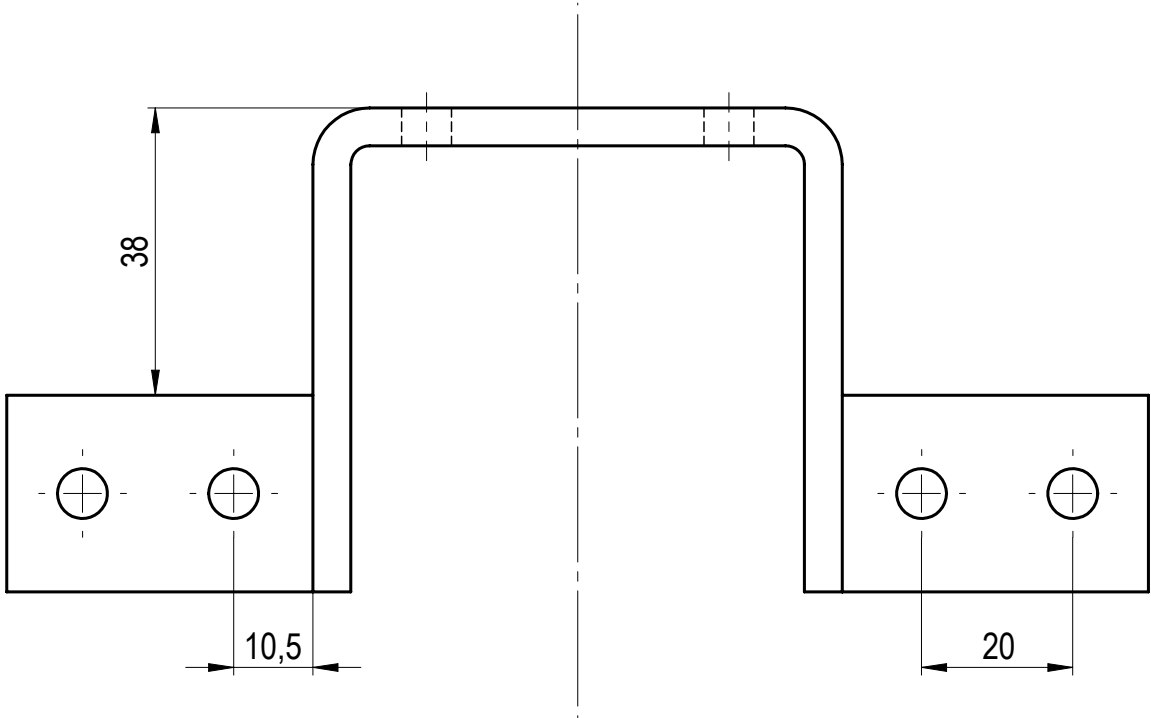
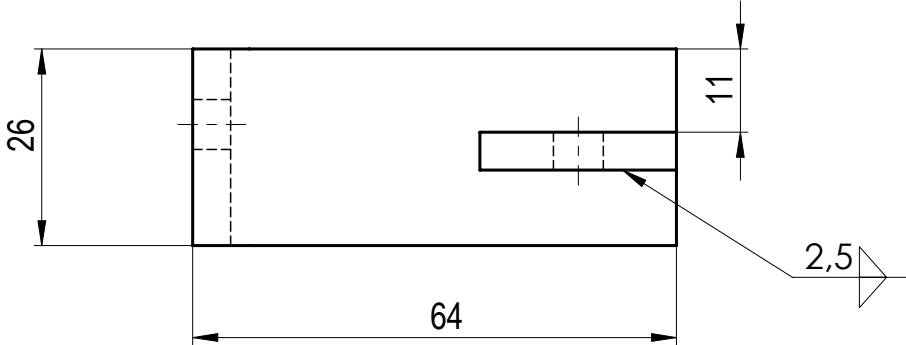
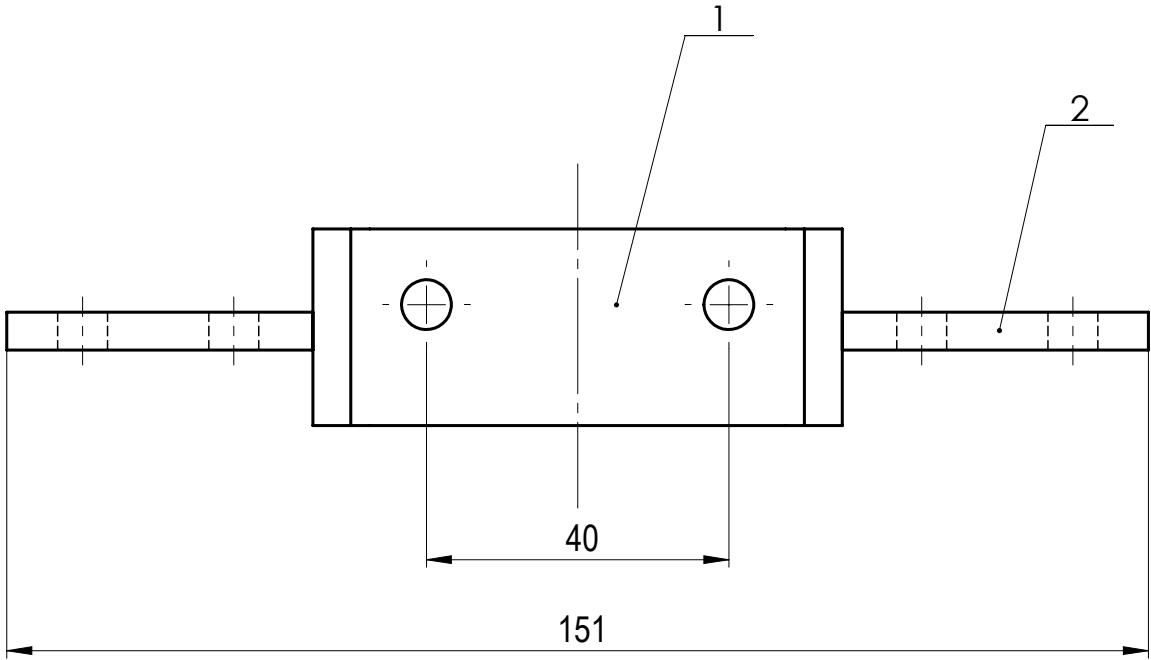


Obs: Chapa de espessura constante igual a 5 mm.	1:1	BARRA QUINADA	A1.9					
	Toleran. NP-265 Médio							

PROJ.	19/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	19/04/19			
VERIF.	19/04/19			

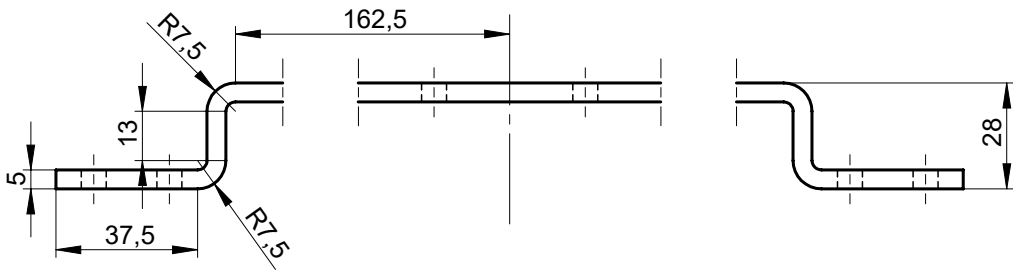
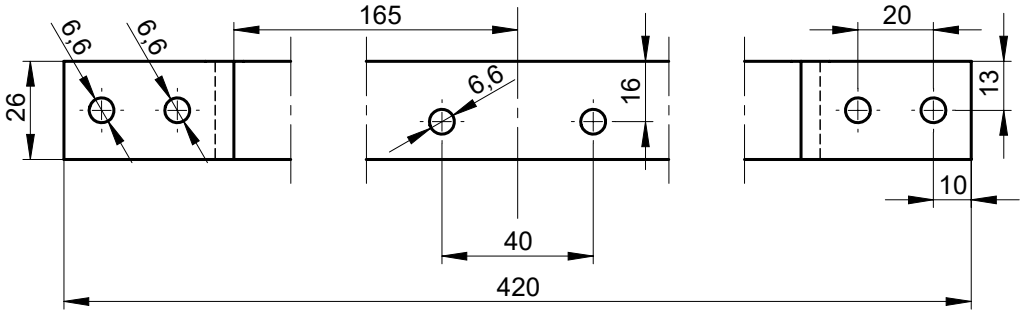


	2:1	CHAPA LIGAÇÃO FURADA	A1.10					
	Toleran. NP-265 Médio							



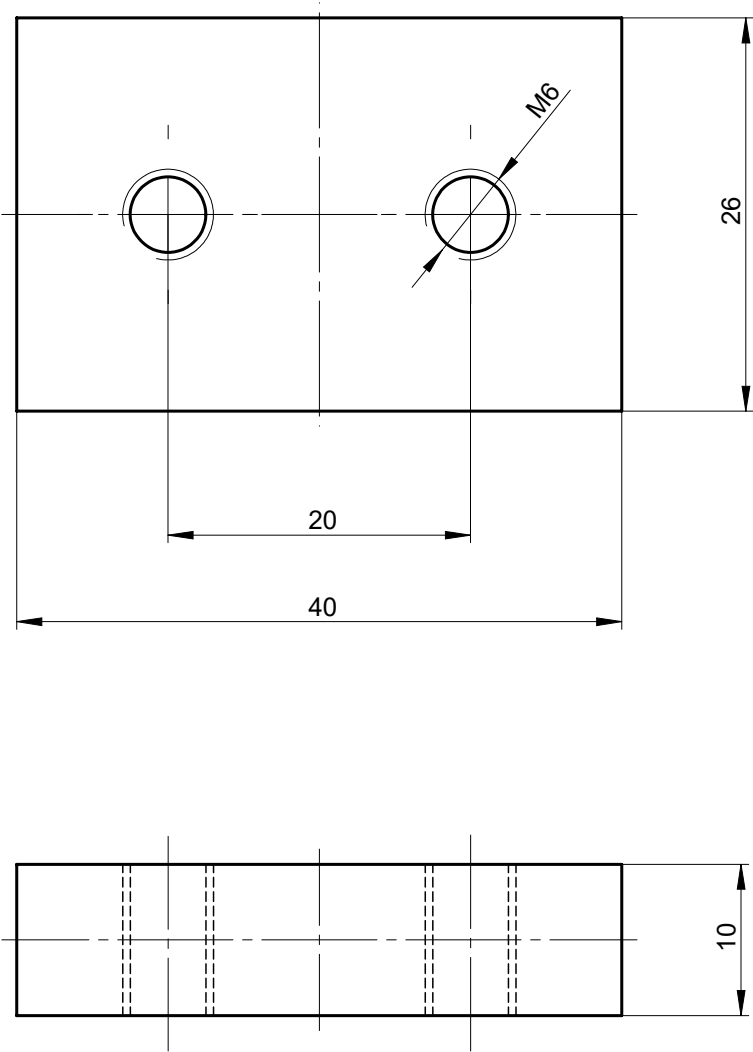
2	CHAPA LIGAÇÃO FURADA	A1.10	AISI 316	2		0,0394	
1	BARRA QUINADA	A1.9	AISI 316	1		0,1883	
Nº	DESIGNAÇÃO	Nº DA NORMA Nº DO DESENHO	MATERIAL	Nº REF.	PRODUTO SEMI ACABADO Nº DO MOLDE Nº DA MATRIZ	PESO	OBSERVAÇÕES
		PROJ.	19/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES	
		DES.	19/04/19				
		VERIF.	19/04/19				
		1:1	BARRA FIXAÇÃO SUPERIOR			A1.11	
		Toleran. NP-265 Médio					

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			



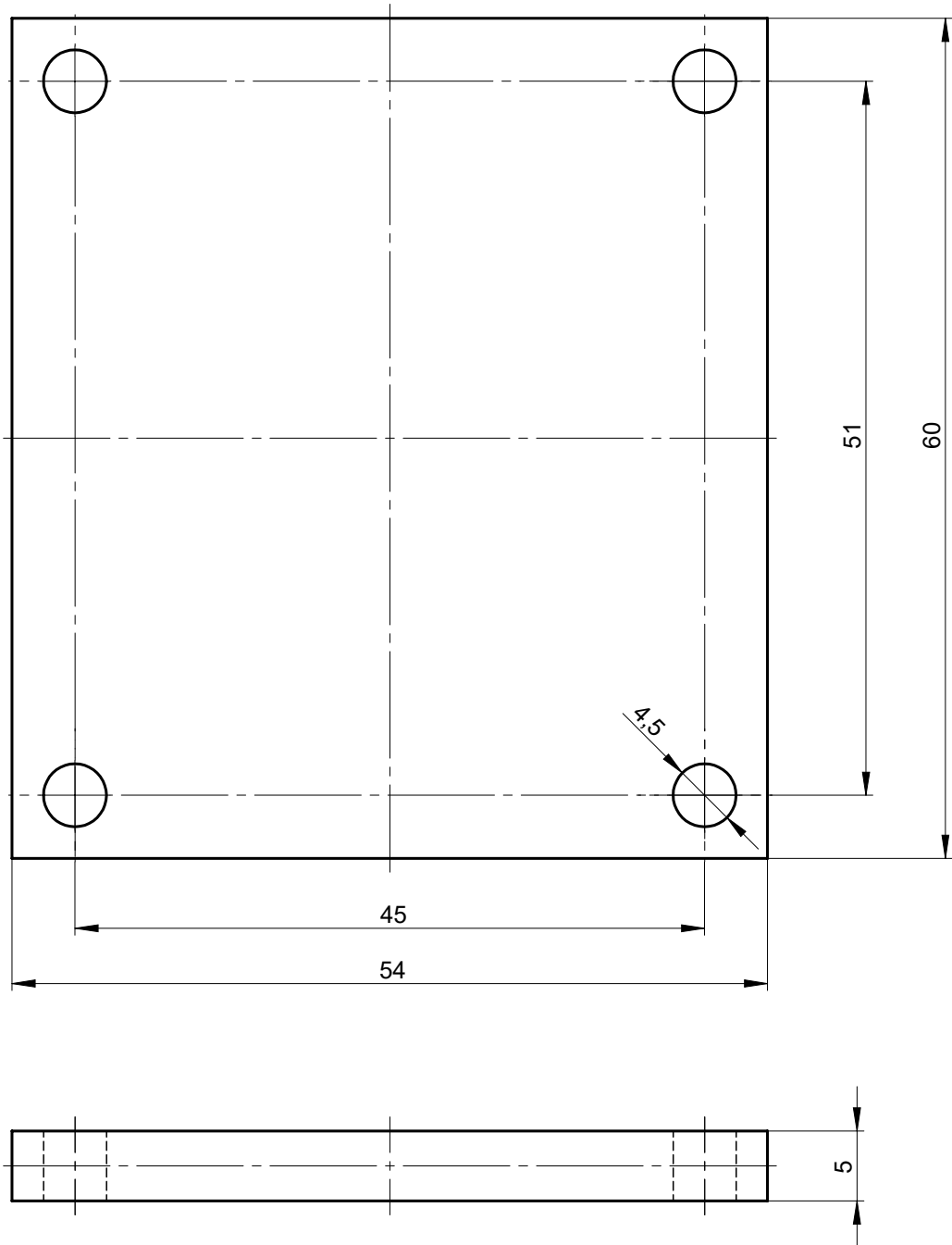
Obs: Chapa de espessura constante igual a 5 mm.	1:2	BARRA FIXAÇÃO INFERIOR	A1.12					
	Toleran. NP-265 Médio							

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			



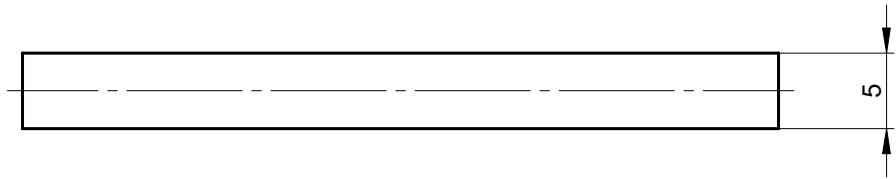
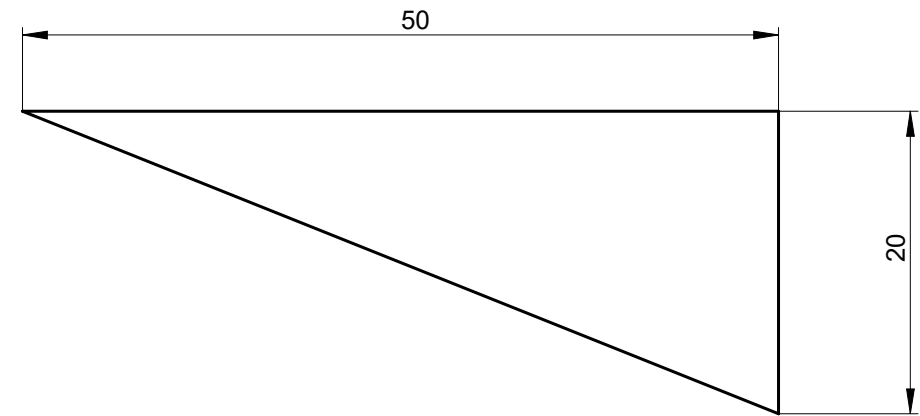
Obs: Deverão ser fabricadas 4 unidades.	2:1	CHAPA ROSCADA ESTRUTURA	A1.13					
	Toleran. NP-265 Médio							

PROJ.	14/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	14/04/19			
VERIF.	14/04/19			



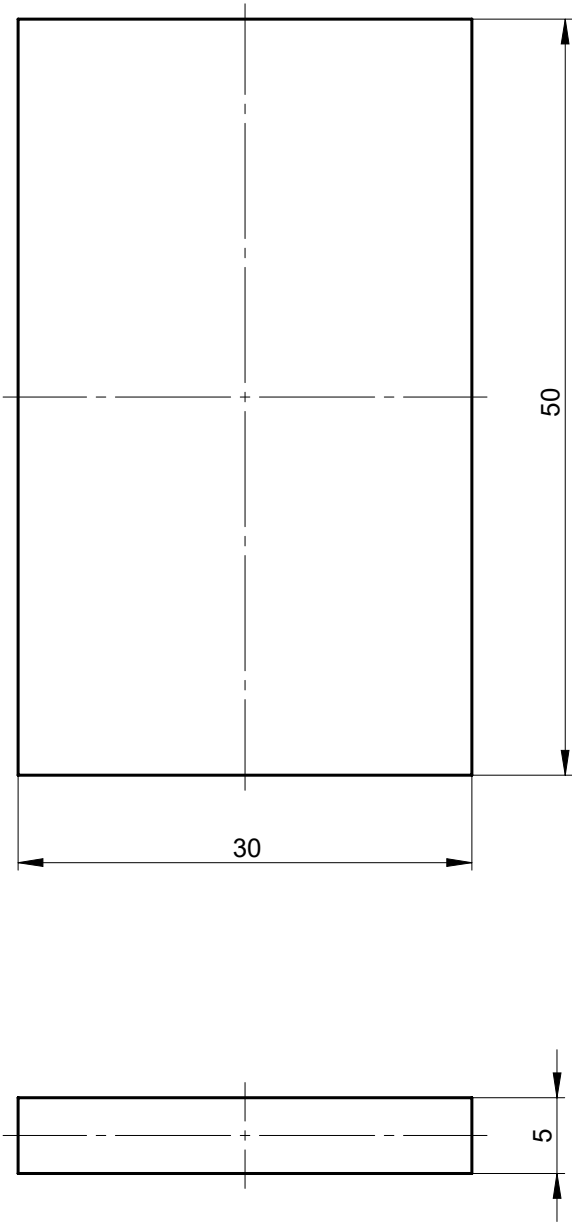
	2:1	CHAPA FIXAÇÃO	A1.14					
	Toleran. NP-265 Médio							

PROJ.	22/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	22/04/19			
VERIF.	22/04/19			



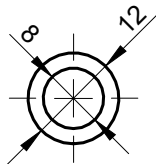
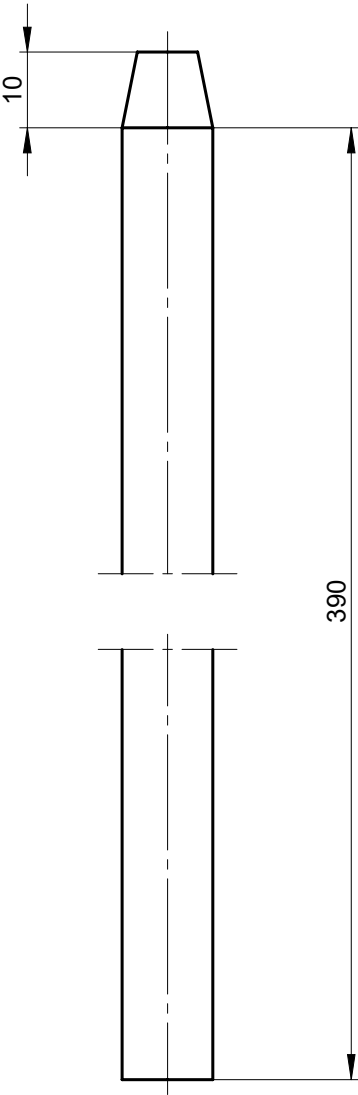
	2:1	NERVURA SUPORTE BALÃO	A1.15			
	Toleran. NP-265 Médio					

PROJ.	22/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	22/04/19			
VERIF.	22/04/19			

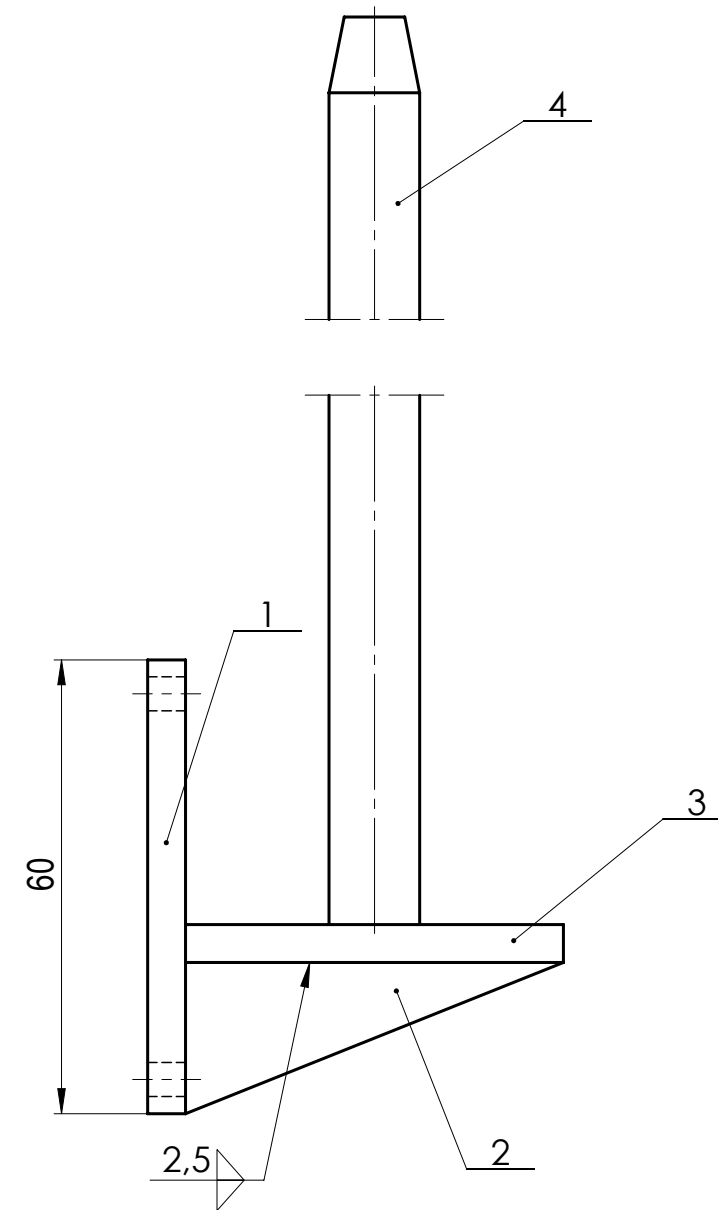


	2:1	APOIO HASTE	A1.16					
	Toleran. NP-265 Médio							

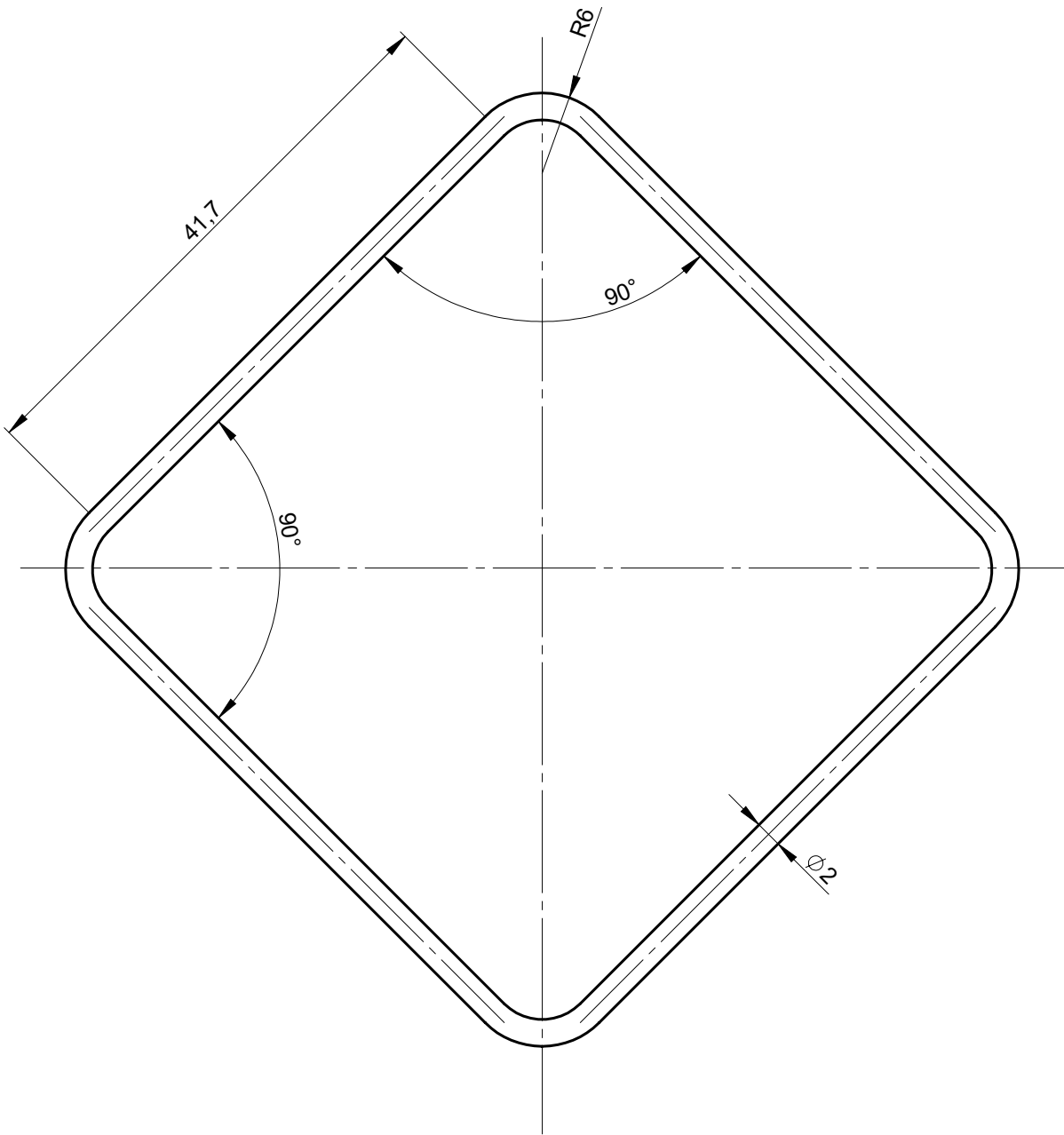
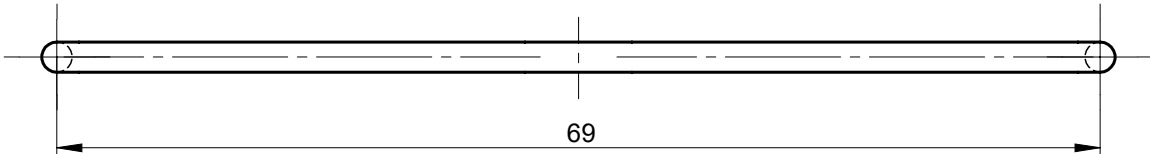
PROJ.	22/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	22/04/19			
VERIF.	22/04/19			



	1:1	HASTE	A1.17					
	Toleran. NP-265 Médio							

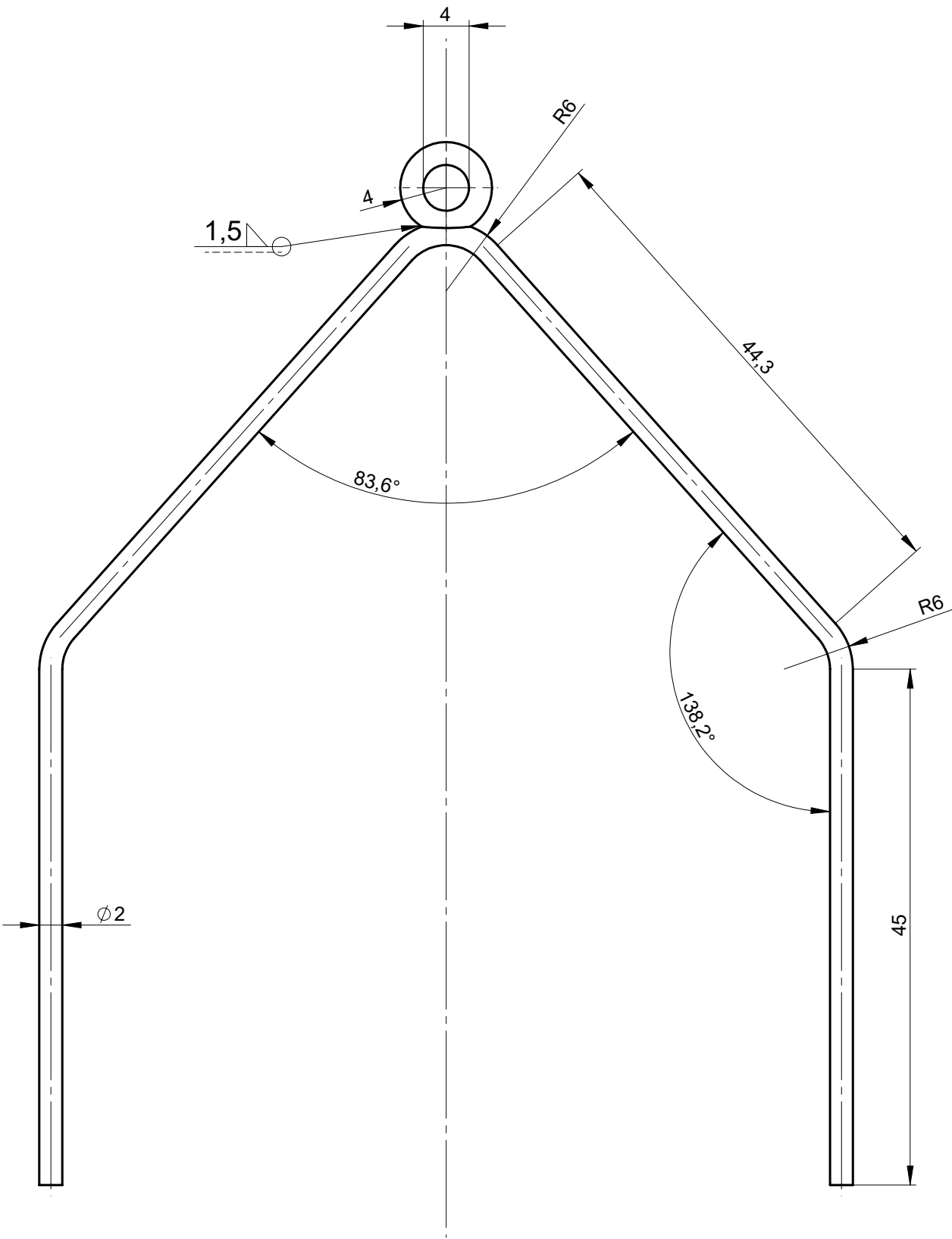


PROJ.	20/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	20/04/19			
VERIF.	20/04/19			

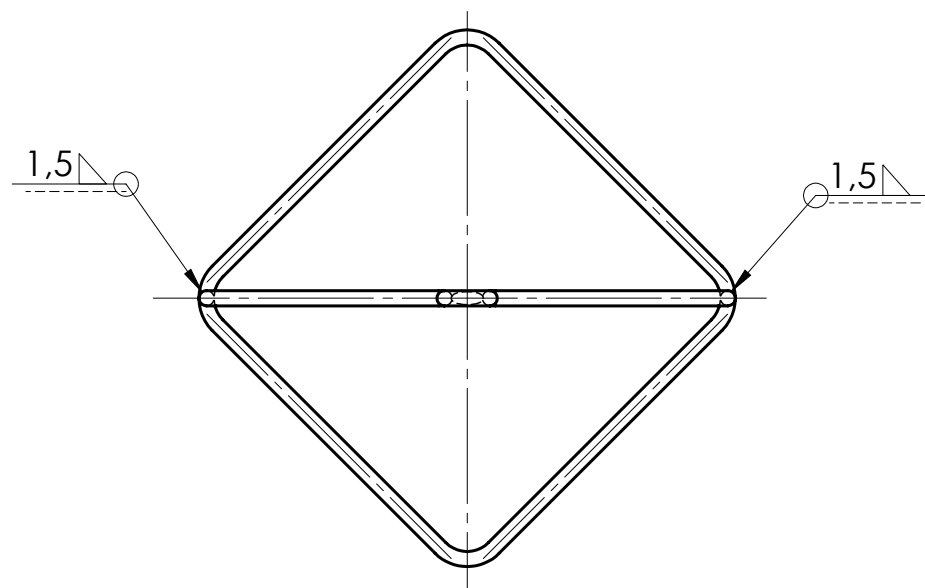
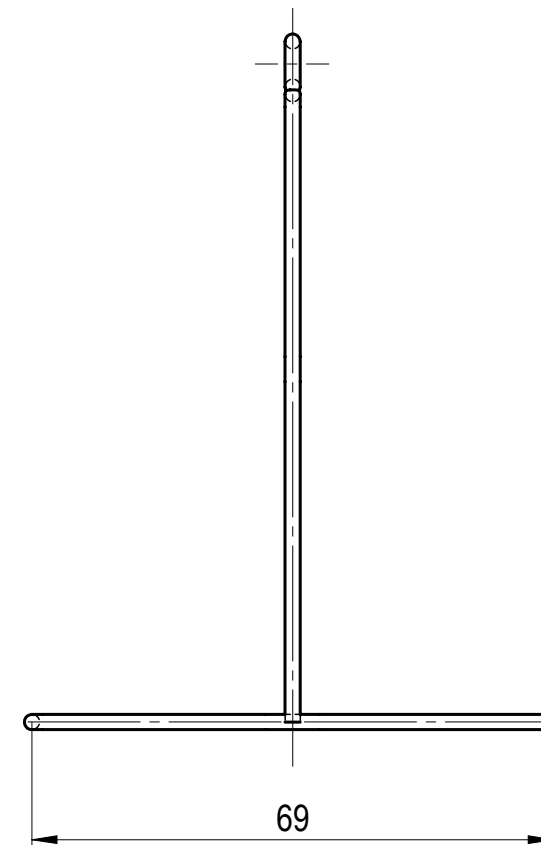
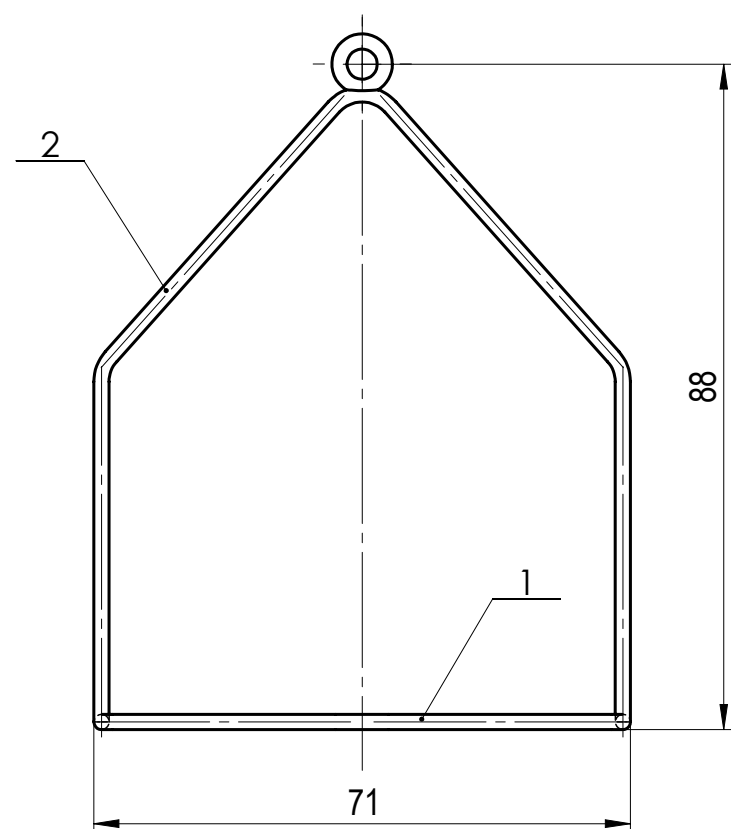


Obs: Arame com secção de diâmetro constante igual a 2 mm.	2:1	BASE ESFERA	A1.19					
	Toleran. NP-265 Médio							

PROJ.	20/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES
DES.	20/04/19			
VERIF.	20/04/19			



Obs: Arame com secção de diâmetro constante igual a 2 mm.	2:1	PÓRTICO	A1.20					
	Toleran. NP-265 Médio							



1	PÓRICO	A1.20	AISI 316	2		0,0053	
1	BASE ESFERA	A1.19	AISI 316	1		0,005	
Nº	DESIGNAÇÃO	Nº DA NORMA Nº DO DESENHO	MATERIAL	Nº REF.	PRODUTO SEMI ACABADO Nº DO MOLDE Nº DA MATRIZ	PESO	OBSERVAÇÕES
		PROJ.	20/04/19		FCT/UNL - DEMI	DIOGO SIMÕES	
		DES.	20/04/19				
		VERIF.	20/04/19				
1:1		SUPORTE ESFERA				A1.21	
Toleran. NP-265 Médio							

A2 – Diagramas de Blocos dos Programas de Controlo das Mesas
Lineares Eléctricas Elaborados em LabVIEW®

Diagrama A2.1

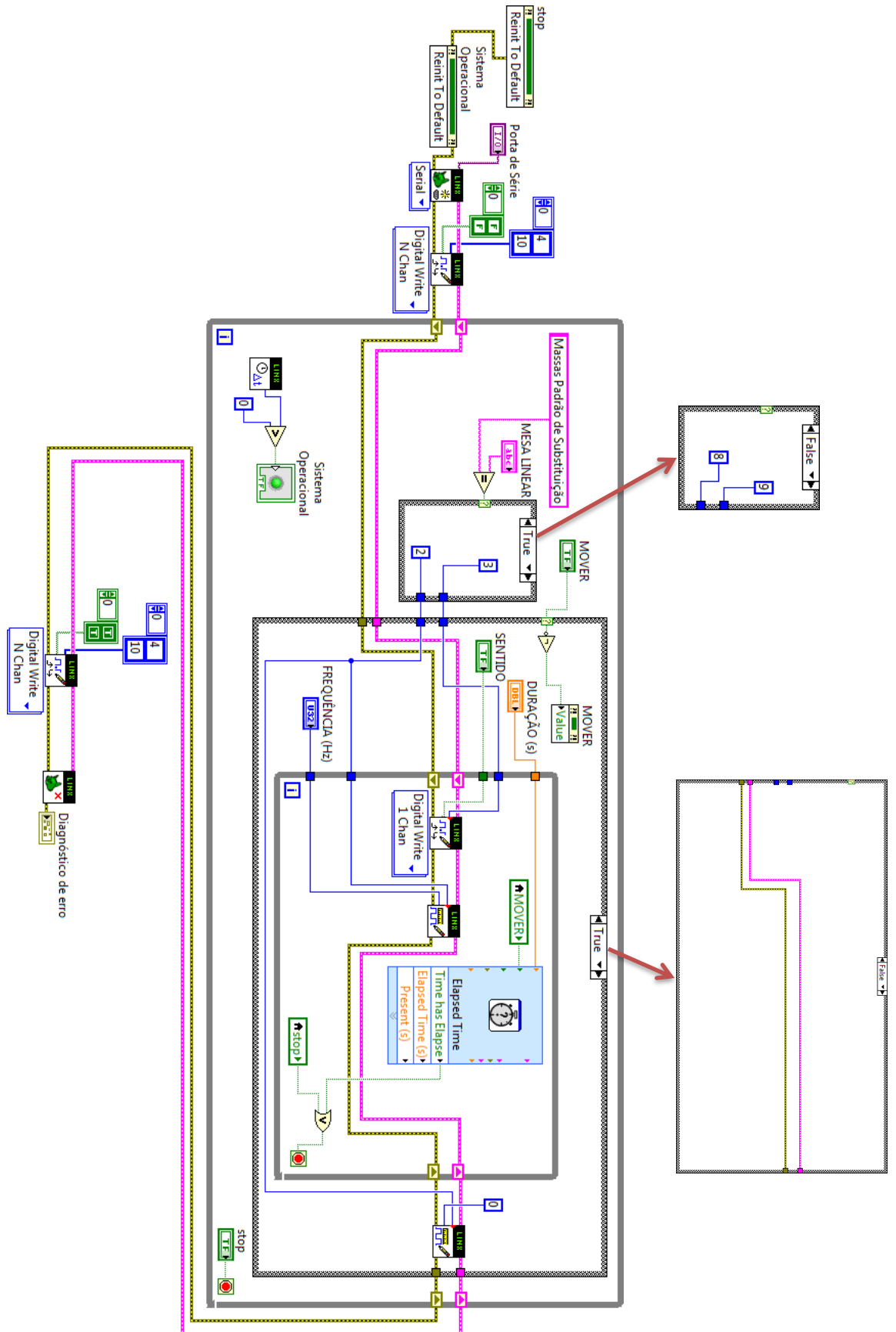


Diagrama A2.2

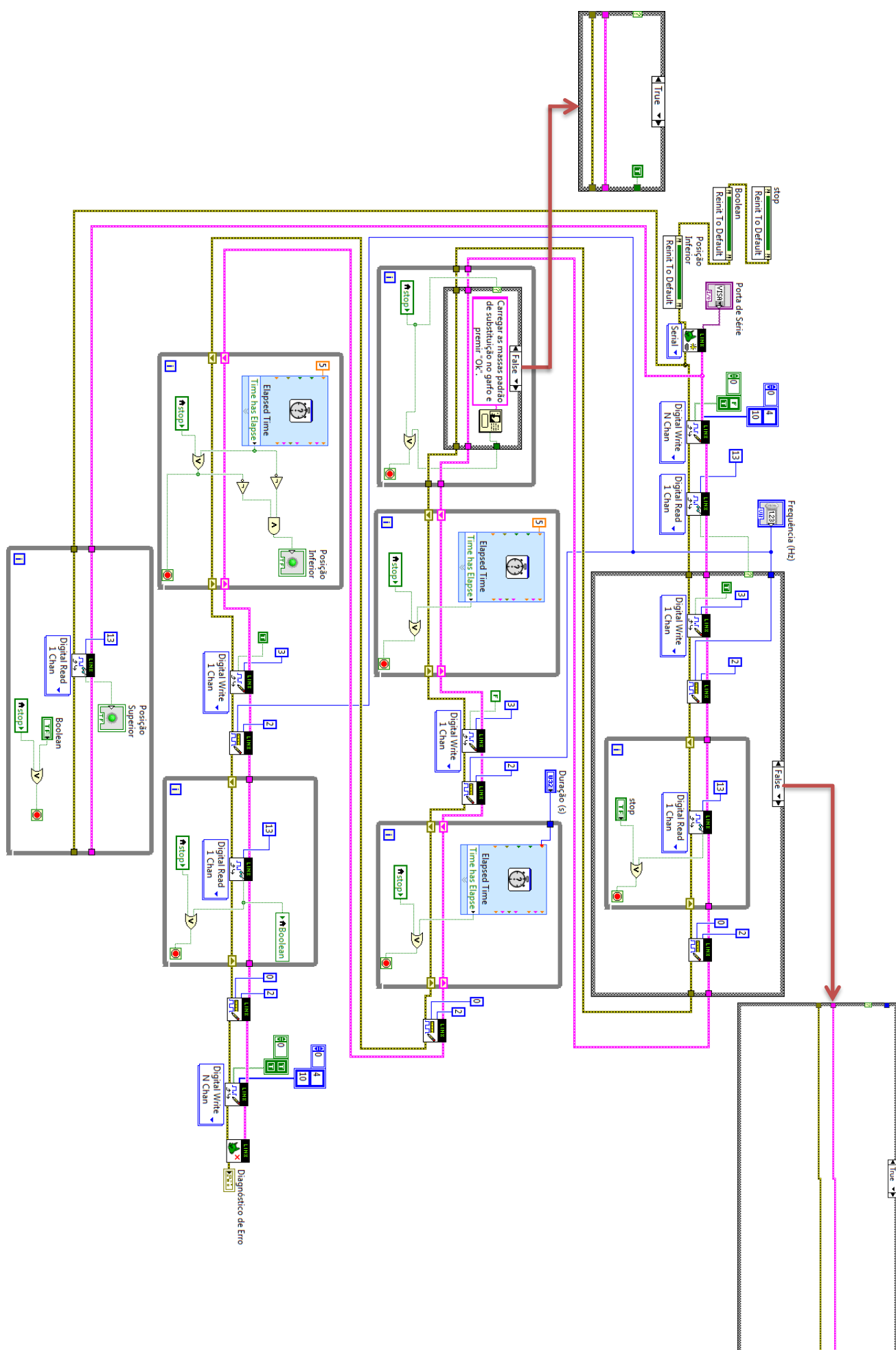
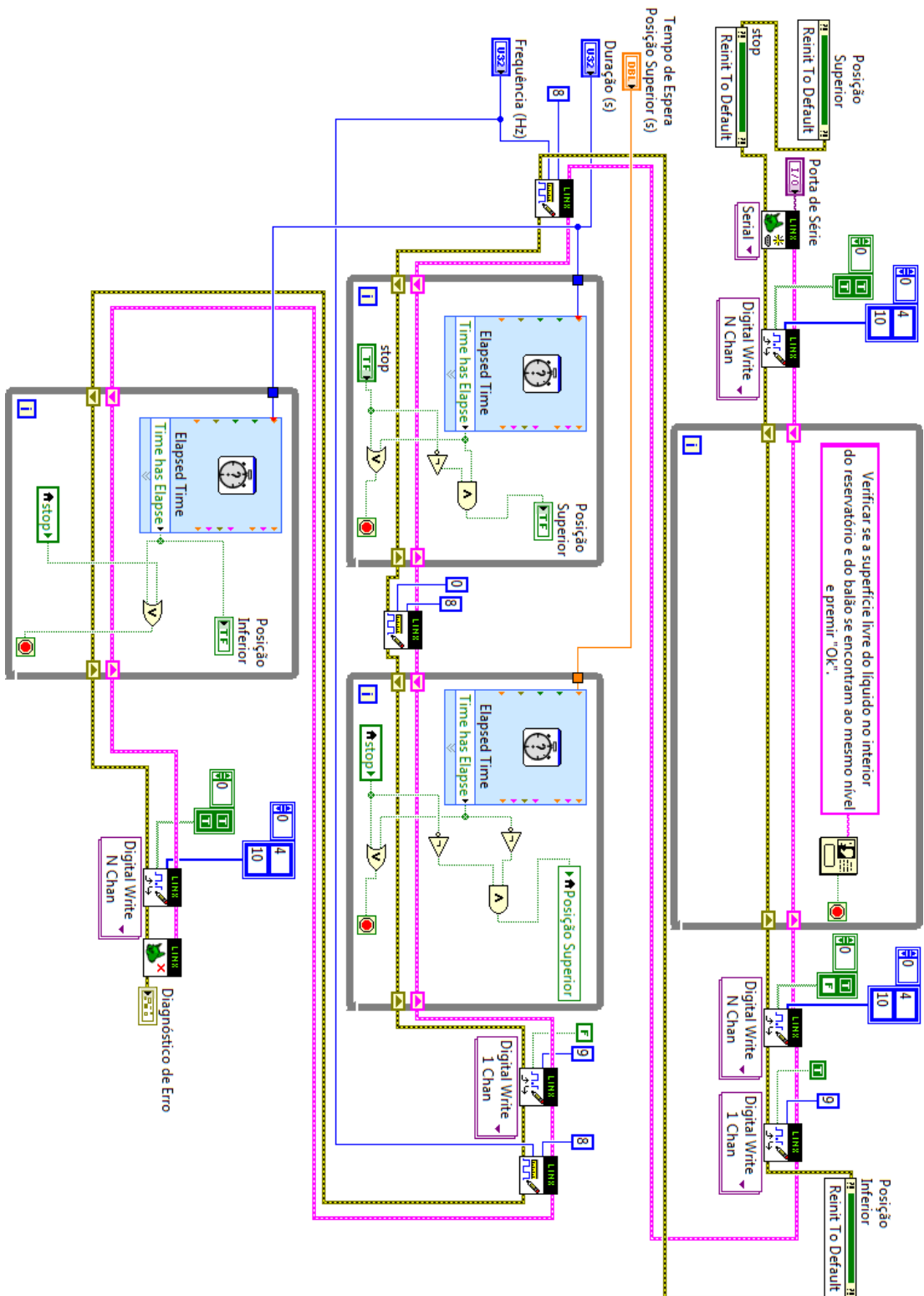


Diagrama A2.3



A3 – Folhas de Cálculo em Excel® para a Determinação da Massa Volúmica do Líquido de Teste e Respetiva Incerteza de Medição

Folha A3.1

Cycle Number
1

Determination of the Density of Air

Atmospheric Conditions	
p [mbar]	#DIV/0!
t [°C]	#DIV/0!
RH [%]	#DIV/0!
T [K]	#DIV/0!
p [Pa]	#DIV/0!
M _a [g/mol]	28,96546
1-M _a /M _a	0,378
R [J/mol.K]	8,314472
ρ _A [kg/m³]	#DIV/0!

Vapour Pressure at Saturation (p _{sv})	
A [K ⁻²]	1,24E-05
B [K ⁻¹]	-1,91E-02
C	33,93711047
D [K]	-6,34E+03
p _{sv} [Pa]	#DIV/0!

Enhancement Factor (f)	
α	1,00062
β [Pa ⁻¹]	3,14E-08
γ [K ⁻²]	5,60E-07
f	#DIV/0!

Mole Fraction of Water Vapour (x _w)	#DIV/0!
---	---------

Compressibility Factor (Z)	
a ₀ [K.Pa ⁻¹]	1,58E-06
a ₁ [Pa ⁻¹]	-2,93E-08
a ₂ [K ⁻¹ .Pa ⁻¹]	1,10E-10
b ₀ [K.Pa ⁻¹]	5,71E-06
b ₁ [Pa ⁻¹]	-2,05E-08
c ₀ [K.Pa ⁻¹]	1,99E-04
c ₁ [Pa ⁻¹]	-2,38E-06
d [K ² .Pa ⁻²]	1,83E-11
e [K ² .Pa ⁻²]	-7,65E-09
Z	#DIV/0!

Calculation of the Density of Liquid - Substitution Method

Sphere Properties (at 20 °C, 101325 Pa)	
m _s [g]	
V _{sp} [cm³]	
k _s [Pa ⁻¹]	

Silicon's linear thermal expansion coefficient	
A [K ⁻¹]	-3,6599918
B [K ⁻²]	3,96E-02
C [K ⁻³]	-8,65E-05
D [K ⁻⁴]	9,66E-08
E [K ⁻⁵]	-5,33E-11
F [K ⁻⁶]	1,15E-14
γ _{Si} [K ⁻¹]	#DIV/0!

Sphere Properties (at weighing conditions)	
m _s [g]	0
V _s [cm³]	#DIV/0!

Indication Error	
Balance [g]	#DIV/0!
Liquid's Thermometer [°C]	

Density of Liquid measured by the Oscillating U-tube	
ρ _L [kg/m³]	

Weighing Values (as measured)		
	Weighing Value [g]	Liquid Temperature [°C]
W _{susp 1}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 2}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 3}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 4}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{sread}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{ref 1}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{ref 2}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{wread}	#DIV/0!	
	Mean Temperature:	#DIV/0!

Weighing Values (corrected due to indication errors)		
	Weighing Value [g]	Liquid Temperature [°C]
W _{susp 1}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 2}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 3}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{susp 4}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{sread}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{ref 1}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{ref 2}	#DIV/0!	#DIV/0!
W _{wread}	#DIV/0!	
	Mean Temperature:	#DIV/0!

Standard Weight Set (calibration certificate)					
OIML Class	Shape	Mass Designation	Conventional Mass (m _w) [g]	Density (ρ _w) [kg/m³]	Used as substitution weight?
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No
E2	Cylinder				No

Weighing value of the substitution weights (W _w)	
m _w [g]	0,000000
ρ _w [kg/m³]	#DIV/0!
W _w [g]	#DIV/0!

$$m_W = \sum_{i=1}^n m_{W_i}$$

$$\rho_W = \frac{\sum_{i=1}^n m_{W_i} \rho_{W_i}}{m_W}$$

Hydrostatic Pressure at Sphere's Centre	
h [mm]	
P _H [Pa]	0,0

Reference Conditions	
Pressure [Pa]	101325
Temperature [°C]	

Gravitational Acceleration	
g [m/s²]	

Mass of the Meniscus (approximate value)	
D _{ext} (wire diameter) [mm]	
σ (coefficient of liquid's surface tension [mN/m])	
Δm [g]	#DIV/0!

$$\Delta m = \frac{\pi D_{ext} \sigma}{g}$$

Liquid Properties	
γ _L [kg/m³.K]	
k _L [Pa ⁻¹]	

Density of Liquid ρ _L (at reference conditions)	
ρ _L [kg/m³]	#DIV/0!

Folha A3.2

Table of Uncertainties - Measuring Instruments (C,C)		
Uncertainty Component u(x)	Standard Uncertainty Value	DOF
VAISALA PTU300 (Thermometer of the Air)		
U _{thero} [°C]		
u _{cal} [°C]		
U _{port} [°C]		
VAISALA PTU300 (Barometer)		
U _{thero} [mbar]		
U _{cal} [mbar]		
U _{port} [mbar]		
VAISALA PTU300 (Relative Humidity)		
U _{thero} [%]		
U _{cal} [%]		
U _{port} [%]		
Anton Paar MKT50 (Thermometer of the Liquid - CH2)		
U _{thero} [°C]		
u _{cal} [°C]		
U _{port} [°C]		
Mettler Toledo AT400 (Balance)		
U _{thero} [mg]		
U _{cal} [mg]		
U _{port} [mg]		
U _{zero} [mg]		

[illegible]

Table of Uncertainties - Silicon Sphere		
Uncertainty Component $u(x_i)$	Standard Uncertainty Value	DOF
$u(m_S)$ [g]		
$u(V_S)$ [cm ³]		

Table of Uncertainties - Constants		
Uncertainty Component $u(x_i)$	Standard Uncertainty Value	DOF
$u(R) [J/mol.K]$		
$u(k_B) [Pa^{-1}]$		
$u(g) [m/s^2]$		

Table of Uncertainties - Liquids					
	Cubic Thermal Expansion γ_L [g/cm ³ ·K]	Standard Uncertainty [g/cm ³ ·K]	Coefficient of Compressibility k_L [Pa ⁻¹]	Standard Uncertainty [Pa ⁻¹]	DOF
Liquid					

Table of Uncertainties - Measuring Instruments (C,C)		
Uncertainty Component u(x)	Standard Uncertainty Value	DOF
VAISALA PTU300 (Thermometer of the Air)		
U _{thero} [°C]		
u _{cal} [°C]		
U _{port} [°C]		
VAISALA PTU300 (Barometer)		
U _{thero} [mbar]		
U _{cal} [mbar]		
U _{port} [mbar]		
VAISALA PTU300 (Relative Humidity)		
U _{thero} [%]		
U _{cal} [%]		
U _{port} [%]		
Anton Paar MKT50 (Thermometer of the Liquid - CH2)		
U _{thero} [°C]		
u _{cal} [°C]		
U _{port} [°C]		
Mettler Toledo AT400 (Balance)		
U _{thero} [mg]		
U _{cal} [mg]		
U _{port} [mg]		
U _{zero} [mg]		

[illegible]

Table of Uncertainties - Silicon Sphere		
Uncertainty Component $u(x_i)$	Standard Uncertainty Value	DOF
$u(m_S)$ [g]		
$u(V_S)$ [cm ³]		

Table of Uncertainties - Constants		
Uncertainty Component $u(x_i)$	Standard Uncertainty Value	DOF
$u(R) [J/mol.K]$		
$u(k_B) [Pa^{-1}]$		
$u(g) [m/s^2]$		

Table of Uncertainties - Liquids					
	Cubic Thermal Expansion γ_L [g/cm ³ ·K]	Standard Uncertainty [g/cm ³ ·K]	Coefficient of Compressibility k_L [Pa ⁻¹]	Standard Uncertainty [Pa ⁻¹]	DOF
Liquid					

Folha A3.3

Uncertainty of the Enhancement Factor f

Measurements		
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)
P [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!
t [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!

Repeatability		
	Standard Uncertainty (u_{Rep})	DOF
p [mbar]	#DIV/0!	7
t [°C]	#DIV/0!	7

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(p)$	Atmospheric Pressure	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	0	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(t)$	Air Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Mole Fraction of Water Vapour x_V

Measurements			
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)
P [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!	8
RH [%]	#DIV/0!	#DIV/0!	8

Repeatability		
	Standard Uncertainty (u_{rep})	DOF
P [mbar]	#DIV/0!	7
RH [%]	#DIV/0!	7

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(p)$	Atmospheric Pressure	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(h)$	Relative Humidity	-	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(f)$	Enhancement Factor	-	A+B	0,000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(p_{sv})$	Vapour Pressure at Saturation	Pa	A+B	33,9	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Compressibility Factor Z

Measurements				Repeatability	
<div> </div>	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)	Standard Uncertainty (u _{Rep})	DOF
p [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!	8	#DIV/0!	7
t [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!	8	#DIV/0!	7

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(P)$	Atmospheric Pressure	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(T)$	Air Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(x_{H_2O})$	Mole Fraction of Water Vapour	-	A+B	0,0000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Density of Air ρ_A

Measurements			
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)
P [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!	8
t [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!	8

Repeatability		
	Standard Uncertainty (u_{Rep})	DOF
P [mbar]	#DIV/0!	7
t [°C]	#DIV/0!	7

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty X_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(P)$	Atmospheric Pressure	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(T)$	Air Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(x_v)$	Mole Fraction of Water Vapour	-	A+B	0,000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(Z)$	Compressibility Factor	-	A+B	0,000000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(R)$	Molar Gas Constant	J/mol.K	B	28,96546	Rectangular	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [kg/m ³]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [kg/m ³]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Weighing Value of the Substitution Weights W_w

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(m_w)$	Mass of the Substitution Weights (C.C.)	g	B	0,000000	Rectangular	0,00E+00	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(\rho_w)$	Density of the Substitution Weights (C.C.)	kg/m ³	B	0,0	Rectangular	0,0	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(\rho_A)$	Air Density	kg/m ³	A+B	0,3780	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [g]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [g]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Sphere's Apparent Mass m_s^a

Measurements			
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)
W_{sread} [g]	#DIV/0!	#DIV/0!	5
W_{wread} [g]	#DIV/0!	#DIV/0!	10
W_{susp} [g]	#DIV/0!	#DIV/0!	20

Repeatability		
	Standard Uncertainty (u_{rep})	DOF
W_{sread} [g]	#DIV/0!	4
W_{wread} [g]	#DIV/0!	9
W_{susp} [g]	#DIV/0!	19

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(W_w)$	Weighing Value of the Substitution Weights	g	A+B	0,000000	t-distribution	#DIV/0!	1	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(W_{sread})$	Reading of the Balance when loaded with the sphere	g	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	0,999953	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(W_{wread})$	Reading of the Balance when loaded with the substitution weights	g	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	-0,999953	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(\rho_A)$	Air Density	kg/m³	A+B	0,3780	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(W_{susp})$	Reading of the Balance when loaded with the free suspension	g	A	#DIV/0!	-	#DIV/0!	1	#DIV/0!	19	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [g]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [g]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of Silicon's Linear Thermal Expansion Coefficient γ_{Si}

Measurements			
<div><div></div><div></div></div>	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)
t_i [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!	2

Repeatability		
<div><div></div><div></div></div>	Standard Uncertainty (u_{rep})	DOF
t_i [°C]	#DIV/0!	1

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty x_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(T_i)$	Liquid Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [K ⁻¹]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [K ⁻¹]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Sphere Volume at Weighing Conditions V_S

Measurements			Repeatability	
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Number of measurements (n)	
P [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!	2	
t _L [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!	2	

	Standard Uncertainty (u _{rep})	DOF
P [mbar]	#DIV/0!	1
t _L [°C]	#DIV/0!	1

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty X_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u^2(y)$
$u(V_{s0})$	Volume of the Sphere at Reference Conditions (C.C.)	cm ³	B	0,00000	Rectangular	0,000000	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!
$u(V_{sl})$	Silicon's Linear Thermal Expansion Coefficient	K ⁻¹	A+B	-5,33E-11	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(t_L)$	Liquid Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(k_{sl})$	Coefficient of Compressibility of Silicon	Pa ⁻¹	B	0,000E+00	Rectangular	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!
$u(P)$	Total Pressure (Atmospheric + Hydrostatic)	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty u _c (y) [cm ³]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [cm ³]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Density of Liquid ρ_L (at Weighing Conditions)

Uncertainty Components										
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty X_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF	Variance $u_i^2(y)$
$u(m_s)$	Mass of the Sphere	g	B	0,0000	Rectangular	0,000000	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!
$u(m_s^3)$	Apparent Mass of the Sphere	g	A+B	0,0000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(V_s)$	Volume of the Sphere (at Weighing Conditions)	cm ³	A+B	0,0000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [kg/m ³]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [kg/m ³]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Uncertainty of the Density of Liquid $\rho_L(t_0, p_0)$ (at Reference Conditions)

Measurements			Repeatability	
	Mean Value	Standard Deviation of the Sample (s)	Standard Uncertainty (u_{rep})	
			DOF	
P [mbar]	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	7
t _L [°C]	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	7

	Standard Uncertainty (u_{rep})	DOF
P [mbar]	#DIV/0!	7
t _L [°C]	#DIV/0!	7

Uncertainty Components									
Standard Uncertainty Component $u(x_i)$	Source of Uncertainty X_i	Units	Type of Uncertainty	Estimate x_i	Probability Distribution	Value of the Standard Uncertainty $u(x_i)$	Sensitivity Coefficient c_i	Contribution to the Uncertainty $u_i(y)$	DOF
$u(\rho_L)$	Liquid Density (at Weighing Conditions)	g/cm ³	A+B	0,0000000	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(y_L)$	Liquid's Cubic Thermal Expansion Coefficient	g/cm ³ .K	B	0,00E+00	Rectangular	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0
$u(t_L)$	Liquid Temperature	K	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
$u(k_L)$	Coefficient of Compressibility of the Liquid	Pa ⁻¹	B	0	Rectangular	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0
$u(p)$	Atmospheric Pressure	Pa	A+B	#DIV/0!	t-distribution	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

Expanded Uncertainty			
Combined Uncertainty $u_c(y)$ [kg/m ³]	Effective DOF	Coverage Factor k	Expanded Uncertainty U [kg/m ³]
#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!

A4 – Tabelas de Componentes de Incerteza para o Cálculo da Incerteza Expandida Associada à Massa Volúmica da Água Ultrapura (Tipo I), a 20 °C, com o Sistema de Pesagem Hidrostática Pré e Pós-otimizado

Tabela A4.1: Componentes de incerteza associadas a constantes físicas e instrumentos de medição.

	Componente de Incerteza x_i	Unidade	Tipo de Incerteza	Estimativa	Valor de incerteza-padrão $u(x_i)$
Constantes Físicas	Constante universal dos gases perfeitos R	J/mol.K	B	8,314472	0,000015
	Volume da esfera às condições de referência V_{S0}	cm ³	B	100,47314	0,000125
	Coefficiente de compressibilidade isotérmica do silício k_{Si}	Pa ⁻¹	B	$1,022 \times 10^{-11}$	5×10^{-14}
	Massa da esfera de silício m_S	g	B	234,0135	0,000075
	Coefficiente cúbico de expansão térmica do líquido γ_L	g/cm ³ .K	B	$-2,14 \times 10^{-4}$	0,000002
	Coefficiente de compressibilidade isotérmica do líquido k_L	Pa ⁻¹	B	$4,58 \times 10^{-10}$	2×10^{-11}
Termómetro do ar	Resolução	°C	B	-	0,015
	Calibração	°C	B	-	0,05
	Deriva do erro	°C	B	-	0,015
Barómetro	Resolução	mbar	B	-	0,015
	Calibração	mbar	B	-	0,05
	Deriva do erro	mbar	B	-	0
Higrómetro	Resolução	%	B	-	0,015
	Calibração	%	B	-	0,4
	Deriva do erro	%	B	-	0,075
Termómetro do líquido	Resolução	°C	B	-	0,00015
	Calibração	°C	B	-	0,005
	Deriva do erro	°C	B	-	0,0027
Balança	Resolução	mg	B	-	0,015
	Deriva do zero	mg	B	-	0,015

Tabela A4.2: Componentes de incerteza x_i , associadas à massa volúmica ρ_L da água ultrapura (Tipo I) a 20 °C, calculadas após o ensaio realizado com o sistema de pesagem hidrostática pré-otimizado.

	Componente de Incerteza x_i	Unidade	Tipo de Incerteza	Estimativa	Valor de incerteza-padrão $u(x_i)$
Pré-otimização	Pressão atmosférica p_{atm}	Pa	A+B	100690	5,7
	Temperatura do ar T_{ar}	K	A+B	300,85	0,059
	Humidade relativa HR	-	A+B	0,46	$4,18 \times 10^{-3}$
	Valor de massa das massas padrão m_W (dado pelo certificado de calibração)	g	B	133,999979	$1,97 \times 10^{-5}$
	Massa volúmica das massas padrão ρ_W (dado pelo certificado de calibração)	kg/m ³	B	8000	9,3
	Leitura da balança quando carregada com a esfera W_{Sread}	g	A+B	144,8428	$8,05 \times 10^{-5}$
	Leitura da balança quando carregada com as massas padrão W_{Wread}	g	A+B	145,1040	$4,01 \times 10^{-5}$
	Leitura da balança quando carregada com a suspensão em vazio W_{Susp}	g	A+B	11,1040	$2,85 \times 10^{-5}$
	Temperatura do líquido T_L	K	A+B	293,149	0,0057
	Pressão total p_{Total}	Pa	A+B	101582,0	5,2
	Fator de fugacidade f	-	A+B	1,054	$1,97 \times 10^{-5}$
	Pressão de vapor de saturação p_{sv}	Pa	A+B	3526,3	12,71
	Fração molar de vapor de água x_v	-	A+B	0,0177	$1,66 \times 10^{-4}$
	Fator de compressibilidade Z	-	A+B	0,999146	$1,17 \times 10^{-6}$
	Massa volúmica do ar ρ_A	kg/m ³	A+B	1,1630	$2,46 \times 10^{-4}$
	Valor de massa das massas padrão de substituição W_W	g	A+B	133,980498	$3,03 \times 10^{-5}$
	Massa aparente da esfera m_s^a	g	A+B	133,7192	$9,90 \times 10^{-5}$
	Coeficiente linear de expansão térmica do silício γ_{Si}	K ⁻¹	A+B	$2,57 \times 10^{-6}$	$5,14 \times 10^{-11}$
	Volume da esfera de silício às condições de ensaio V_S	cm ³	A+B	100,47314	$1,25 \times 10^{-4}$
	Massa volúmica do líquido às condições de ensaio ρ_L	kg/m ³	A+B	998,2202	0,0018
ρ_L (20 °C, 101325 Pa) = $998,2193 \pm 0,0042$ kg/m ³ ($k = 1,97$)					

Tabela A4.3: Componentes de incerteza x_i , associadas à massa volúmica ρ_L da água ultrapura (Tipo I) a 20 °C, calculadas após o ensaio realizado com o sistema de pesagem hidrostática pós-otimizado.

	Componente de Incerteza x_i	Unidade	Tipo de Incerteza	Estimativa	Valor de incerteza-padrão $u(x_i)$
Pós-otimização	Pressão atmosférica p_{atm}	Pa	A+B	100995,0	5,6
	Temperatura do ar T_{ar}	K	A+B	299,50	0,071
	Humidade relativa HR	-	A+B	0,38	$4,10 \times 10^{-3}$
	Valor de massa das massas padrão m_W (dado pelo certificado de calibração)	g	B	134,000140	$3,09 \times 10^{-5}$
	Massa volúmica das massas padrão ρ_W (dado pelo certificado de calibração)	kg/m ³	B	8000	67,1
	Leitura da balança quando carregada com a esfera W_{Sread}	g	A+B	303,1555	$2,94 \times 10^{-4}$
	Leitura da balança quando carregada com as massas padrão W_{Wread}	g	A+B	303,4158	$2,68 \times 10^{-4}$
	Leitura da balança quando carregada com a suspensão em vazio W_{Susp}	g	A+B	169,4148	$2,18 \times 10^{-4}$
	Temperatura do líquido T_L	K	A+B	293,155	0,0057
	Pressão total p_{Total}	Pa	A+B	101808,6	5,2
	Fator de fugacidade f	-	A+B	1,054	$2,37 \times 10^{-5}$
	Pressão de vapor de saturação p_{sv}	Pa	A+B	3434,0	14,32
	Fração molar de vapor de água x_v	-	A+B	0,0137	$1,58 \times 10^{-4}$
	Fator de compressibilidade Z	-	A+B	0,999125	$1,01 \times 10^{-6}$
	Massa volúmica do ar ρ_A	kg/m ³	A+B	1,1697	$2,92 \times 10^{-4}$
	Valor de massa das massas padrão de substituição W_W	g	A+B	133,980548	$1,67 \times 10^{-4}$
	Massa aparente da esfera m_S^a	g	A+B	133,7203	$4,83 \times 10^{-4}$
	Coeficiente linear de expansão térmica do silício γ_{Si}	K ⁻¹	A+B	$2,57 \times 10^{-6}$	$5,03 \times 10^{-11}$
	Volume da esfera de silício às condições de ensaio V_S	cm ³	A+B	100,47314	$1,25 \times 10^{-4}$
	Massa volúmica do líquido às condições de ensaio ρ_L	kg/m ³	A+B	998,2093	0,0064
ρ_L (20 °C, 101325 Pa) = $998,2106 \pm 0,0132$ kg/m ³ ($k = 2,07$)					